Bestimmung des Ammoniumgehaltes zur Berechnung der Hautsubstanz sowie des Gehaltes an Ammoniumsalzen

(DIN 53308, sachliche Übereinstimmung mit dem Verfahren IUC 10)

Mit diesem Verfahren wird der Gehalt an Ammoniak in wässrigen Lösungen bestimmt. Die Ermittlung erfolgt direkt aus ammoniumsalzhaltigen Lösungen sowie nach der Zersetzung von Leder nach dem Kjeldahlverfahren mit Schwefelsäure und einem Katalysatorgemisch. Durch Zusatz starker Alkalien wird das gebildete Ammoniak nach der Wasserdampfdestillation in einer Vorlage bestimmt. Der durch Zersetzung von Leder erhaltene Ammoniumstickstoff wird mit dem Faktor 5,62 auf Hautsubstanz umgerechnet.

Die Berechnung der Hautsubstanz beruht auf einer Stickstoffbestimmung des Hauteiweißes, wobei 1% Stickstoff 5,62 % wasserfreier Hautsubstanz (Kollagen) entspricht. Nach Schröder und Pässler ist der der Stickstoffgehalt der fett- und aschefreien Trockensubstanz der Blößen der einzelnen Tierarten etwas verschieden, jedoch kann für die Praxis ein konstanter Wert von 17,8 % angenommen werden. Die Berechnung der Hautsubstanz wird bei Ledern, die stickstoffhaltige Verbindungen zusätzlich enthalten (Harzgerbstoffe, Farbstoffe, kationische Fettungsprodukte und Emulgatoren, Fixierungsmittel und Appreturen usw.) durch zusätzliche Bildung von Ammoniak verfälscht. Bei derartigen Ledern muss das Hydroxyprolinverfahren zur Anwendung kommen. Ebenfalls störende, im Leder enthaltene Ammoniumsalze müssen in der bei der Bestimmung der auswaschbaren Stoffe erhaltenen Lösung gesondert bestimmt und bei der Korrektur von im Leder gefundenen Gesamtammoniak abgezogen werden.

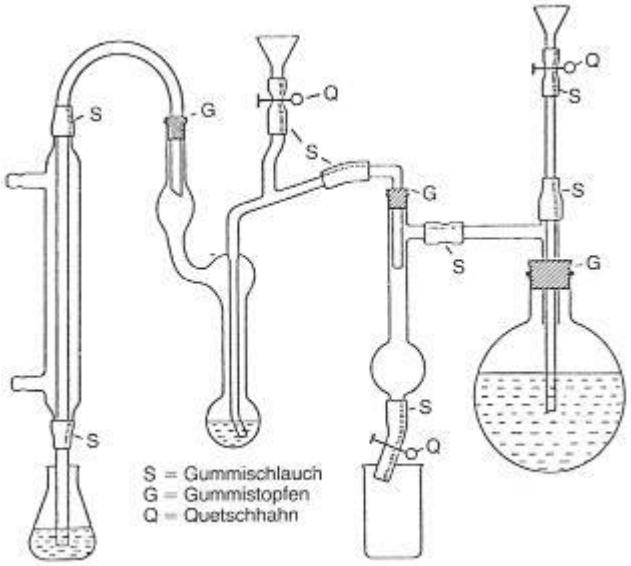
Durchführung der Bestimmung:

Es sind von jeder entnommenen und zerkleinerten Probe zwei Bestimmungen durchzuführen. Dazu werden 3 g der Probe (bei reinem Chromleder 2 g) auf 0,001 g genau in ein Wägeglas eingewogen und danach quantitativ in einen 250 ml Kjeldahlkolben überführt. Zu der Probe werden 30 ml 98 %ige oder rauchende Schwefelsäure, die etwa 7 % freies SO_3 enthält, und etwa 5 g eines Katalysatorgemisches der folgenden Zusammensetzung gegeben:

1. 6 bis 8 g wasserfreies Kaliumsulfat K_2SO_4 und 0,1 g Kupfersulfat - 5 Hydrat $CuSO_4$ x 5 H_2O oder
2. 10 g Selen, 25 g wasserfreies Kupfersulfat $CuSO_4$ und 350 g wasserfreies Kaliumsulfat K_2SO_4.Das Gemisch kann auf Vorrat hergestellt werden. Oder
3. Selenreaktionsgemisch nach Wieninger.

Der Kjeldahlkolben wird im Abzug zuerst vorsichtig und dann stärker erhitzt, bis keine weitere Aufhellung des flüssigen Aufschlusses mehr festgestellt werden kann. Danach wird abgekühlt und vorsichtig mit etwa 50 ml Wasser verdünnt. Zur Destillation wird der verdünnte Aufschluss durch einen Trichter in den Destillierkolben des Kjeldahl-Destilliergerätes nach Parnas-Wagner (Abb. 102) eingefüllt und der Kjeldahlkolben mindestens zweimal mit je 20 ml Wasser zur quantitativen Überführung des Kolbeninhalts gespült.

Abb. 102: Kjeldahlapparatur nach Parnas-Wagner



Der Inhalt des Destillierkolbens wird mit weiteren 80 ml Wasser verdünnt und mit etwa 70 ml 32 %iger Natronlauge stark alkalisch gestellt. Das gebildete Ammoniak wird mit Wasserdampf in eine Vorlage destilliert, die 50 bis 100 ml einer Borsäure-Indikatorlösung der folgenden Zusammensetzung enthält: Zu je 1 l einer gesättigten Borsäurelösung werden 2 ml einer Misch-Indikatorlösung gegeben, die 0,06 % Methylrot und 0,04 % Methylenblau in 96 vol-%igem Äthanol enthält.

Es ist wichtig, dass das Kühlrohr in die vorgelegte Borsäurelösung eintaucht. Durch das überdestillierende Ammoniak wird die Indikatorlösung sofort grün. Sobald sich 150 bis 200 ml Destillat in der Vorlage gesammelt haben, wird diese tiefer gestellt, so dass das Kühlrohr nicht mehr eintaucht. In dieser Stellung wird 3 min weiter destilliert. Nach dem Abspritzen des Kühlrohres wird das Ammoniak mit 0,5 n-Salz- oder Schwefelsäure bis zur wieder erscheinenden schwachen Violett-Verfärbung titriert. Der pH-Wert soll dabei unter 5,5 liegen. Die Borsäure der Indikatorlösung ist nicht in der Lage, das Ammoniak zu neutralisieren. Sie bildet mit Ammoniak nur eine lose Additionsverbindung, die die quantitative Bestimmung des Ammoniaks durch die beschriebene Titration zulässt.

Auswertung:

Der Gesamtstickstoffgehalt N_G wird wie folgt errechnet:

<m>N_{G} = {V_{1} * 0,007}/{E}{*100}</m>

V_1 = bei der Titration verbrauchtes Volumen in ml an 0,5 n Säure

E = Einwaage der Probe in g

0,007 = der Faktor zur Umrechnung von 0,5 n Schwefel- oder Salzsäure in g Stickstoff (bei Verwendung von 0,1 n Säure ist als Faktor die Zahl 0,0014 zu verwenden).

Zur Bestimmung der im Leder vorhandenen Ammoniumsalze wird aus den erhaltenen 500 ml Gesamtvolumen (V_2) des wässrigen Auszuges ein entsprechender Teil, z.B. 100 ml (V_3), entnommen und in das Kjeldahl-Destillationsgefäß einpipettiert. Der Einfülltrichter wird kurz nachgespült und

dann, wie zuvor beschrieben, weitergearbeitet. Es wird zur Titration eine 0,1 n Schwefelsäure verwendet.

Auswertung:

Der Gehalt an Ammoniumverbindungen wird als Ammoniakstickstoffgehalt N_A in % Stickstoff angegeben

<m>N_{A} = {V_{2} * verbrauchte ml 0,1 n Säure * 0,0014}/{V_{3} * E}{*100}</m>

Daraus ergibt sich der Gehalt an $(NH_4)_2SO_4 = N_A * 4,71$

Nach Abzug des Stickstoffgehaltes N_A der Ammoniumsalze vom Gesamtstickstoffgehalt N_G kann danach durch Multiplikation mit dem Faktor 5,62 die Hautsubstanz berechnet werden.

Kategorien:

Alle-Seiten, Gesamt, Lederpruefung

Quellenangabe:

Quellenangabe zum Inhalt

Zitierpflicht und Verwendung / kommerzielle Nutzung

Bei der Verwendung von Inhalten aus Lederpedia.de besteht eine Zitierpflicht gemäß Lizenz CC Attribution-Share Alike 4.0 International. Informationen dazu finden Sie hier Zitierpflicht bei Verwendung von Inhalten aus Lederpedia.de. Für die kommerzielle Nutzung von Inhalten aus Lederpedia.de muss zuvor eine schriftliche Zustimmung (Anfrage via Kontaktformular) zwingend erfolgen.

---

www.Lederpedia.de - *Lederpedia - Lederwiki - Lederlexikon*
Eine freie Enzyklopädie und Informationsseite über Leder, Ledertechnik, Lederbegriffe, Lederpflege, Lederreinigung, Lederverarbeitung, Lederherstellung und Ledertechnologie

---

From:
https://www.lederpedia.de/ - **Lederpedia - Lederwiki - Lederlexikon**

Permanent link:
https://www.lederpedia.de/lederpruefung_lederbeurteilung/bestimmung_des_ammoniumgehaltes_zur_berechnung_der_hautsubstanz_sowie_des_gehaltes_an_ammoniumsalzen

Last update: **2019/04/27 15:00**