

Bestimmung des Gehaltes an wasserlöslichen Magnesiumverbindungen Magnesiumsulfat Bittersalz

Diese Bestimmungsvorschrift entspricht der DIN 53310 und stimmt sachlich mit der IUC 9 der Internationalen Union der Lederchemikerverbände überein. Die Bestimmung von Magnesium im Leder erfasst vor allem die löslichen Verbindungen und hier speziell das Magnesiumsulfat, $\text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$. Es werden die auswaschbaren Mineralstoffe dazu verwendet. Die Feststellung des Bittersalzes wird vor allem bei pflanzlich gegerbten Sohlenledern vorgenommen, die Methode ist aber für alle Leder anwendbar. Die auswaschbaren Mineralstoffe werden in verdünnter Salzsäure gelöst, störende Phosphate mit Eisen und Calcium als Oxalate gefällt. Die Bestimmung des Magnesiums erfolgt mit Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA), dessen eingestellte Lösungen als Komplexon III oder Titriplex III bezeichnet werden.

Herstellung einer 0,01molaren ÄDTA-Lösung. Das Dinatriumdihydrogenäthylendiamintetraacetat - Dihydrat (ÄDTA) wird bei 80 °C getrocknet, danach werden 3,722 g eingewogen und im Messkolben gelöst und zu 1 l aufgefüllt. Die Lösung ist nur in gut verschlossenen Flaschen aus hochalkalibeständigem Glas oder Polyäthylen unbeschränkt haltbar. 1 ml 0,01 molare ÄDTA-Lösung entspricht 0,6538 mg Zink, bzw. 0,4032 mg Magnesiumoxid MgO , bzw. 2,4650 mg $\text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$. Der Titer der ÄDTA-Lösung ist gegen eine Zinksalzlösung einzustellen. Zur Herstellung der Zinklösung werden Zinkblech oder Zinkgranulat (etwa 160mg) kurz mit 2-n-Salzsäure behandelt, um oberflächliche Oxidschichten abzulösen. Danach wird gespült und getrocknet. Die Einwaage erfolgt auf 0,2 mg genau. Die eingewogene Zinkmenge wird auf dem Wasserbad in 200 ml 2-n-Salzsäure vollständig aufgelöst und die abgekühlte Messlösung dann im Messkolben auf 250ml aufgefüllt. 25 ml dieser Lösung werden in einen Erlenmeyerkolben pipettiert, mit 50 ml Wasser und 30 ml 2-n-Ammoniaklösung verdünnt und mit so viel festem Eriochromschwarz-T-Indikator versetzt, dass die Lösung deutlich rot gefärbt ist. Danach wird mit der zuvor fertiggestellten 0,01 molaren ÄDTA-Lösung bis zum Umschlag nach reinem Blau titriert. Der Titerfaktor F der ÄDTA-Lösung wird wie folgt berechnet:

$$F = \{\text{mg Zinkeinwaage} * \text{Zinklösg. ml, die z. Titration verwendet wurde}\} / \{0,6538 * \text{ml Verbrauch 0,01 m ÄDTA-Lösg. Volumen der Zinklösung ml}\}$$

$$(0,6538 = \text{Faktor zur Umrechnung von ml 0,01 molarer ÄDTA-Lösung mg Zink})$$

Bestimmung von Magnesium (in Abwesenheit von Phosphat- und/oder Calciumionen):

Die erhaltenen mineralischen auswaschbaren Stoffe werden in möglichst wenig 2-n-Salzsäure unter leichtem Erwärmen gelöst. Die Lösung wird wiederum mit wenig 2-n-Salzsäure und Wasser quantitativ in einen 300 ml Erlenmeyerkolben überführt. Der Kolbeninhalt wird mit 2-n-Natronlauge oder 2-n-Ammoniaklösung gegen Methylorange neutralisiert, kurz aufgekocht und mit 150 ml Wasser verdünnt. Es werden 20 ml Pufferlösung zugegeben, die Lösung auf etwa 50 °C eingestellt und mit festem Eriochromschwarz-T-Indikator bis zur deutlichen Rotfärbung versetzt. Danach wird mit 0,01 molarer ÄDTA-Lösung aus einer 25 ml Bürette bis zum Umschlag nach reinem Blau (ohne Rotstich)

titriert. Die Berechnung der wasserlöslichen Magnesiumsalze als Magnesiumsulfat ($\text{MgSO}_4 \times 7 \text{ H}_2\text{O}$) in Prozent auf die Probeneinwaage

$$\% \text{ MgSO}_{4} \times 7 \text{ H}_{2}\text{O} = \{ V1 * \text{Verbr. } 0,01 \text{ m } \ddot{\text{A}}\text{DTA-Lösg. ml} * \text{Faktor } \ddot{\text{A}}\text{DTA-Lösg.} * 2,465 \} / \{ V2 * \text{g Einwaage} * 1000 \} * 100$$

V1 = Volumen des zum Auswaschen verwendeten Wassers in ml nach DIN 53307

V2 = Volumen des zur Herstellung der auswaschbaren Mineralstoffe entnommenen Anteils des wässrigen Auszuges nach DIN 53307

Bestimmung der Magnesiumverbindungen bei Anwesenheit von störenden Phosphationen:

Aus dem wässrigen Auszug wird ein Anteil entnommen und dann qualitativ auf Phosphationen geprüft. Sind störende Phosphationen vorhanden, so müssen sie wie folgt entfernt werden: Die erhaltenen auswaschbaren Mineralstoffe werden mit 5 ml 10 %iger Salzsäure unter schwachem Erwärmen gelöst. Die Lösung wird quantitativ in ein 250ml Becherglas gespült und mit etwa 50 ml Wasser verdünnt. Es werden dann 3 ml 10 %iger Ammoniumchloridlösung, einige Tropfen Salpetersäure (Dichte 1,4g/ml) und einige Tropfen 10 %iger Eisen(III)-chloridlösung zugesetzt. Die Lösung wird mit Ammoniak alkalisch gemacht und kurz aufgeköcht. Der sich bildende Niederschlag muss bräunlich gefärbt sein, sonst ist die Fällung nach Zugabe von weiterer Eisen(III)-chloridlösung zu wiederholen. Bildet sich infolge Eisenüberschuss ein Eisen(III)-hydroxid, so wird so lange gekocht, bis der Ammoniakgeruch verschwunden ist. Die Lösung wird warm filtriert und der Rückstand mit heißem Wasser gut ausgewaschen. Das Filtrat wird zusammen mit dem Waschwasser abgekühlt und bei 20°C auf 100ml in einem Messkolben aufgefüllt (V3). Es werden 10 ml (V4) zur Bestimmung des Magnesiums, wie oben beschrieben, mit der Pipette entnommen, mit 20 ml Pufferlösung versetzt und zur Bestimmung von Magnesium mit der 0,01 molaren ÄDTA-Lösung titriert.

Bestimmung der Magnesiumionen bei Anwesenheit störender Calciumionen:

Werden im Auswaschverlust nach Entnahme eines Anteils störende Calciumionen festgestellt, sind diese wie folgt zu entfernen: Die erhaltenen auswaschbaren Mineralstoffe werden, wie zuvor beschrieben, gelöst oder das nach Entfernen der Phosphationen erhaltene Filtrat verwendet. Die jeweils vorhandene Lösung wird mit 3 ml 10 %iger Ammoniumchloridlösung, 7,5 ml 10 %iger Ammoniaklösung und 2 ml 5 %iger Ammoniumoxalatlösung versetzt. Dann wird zum Sieden erhitzt und nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur auf 100 ml aufgefüllt, gut durchmischt und durch ein Faltenfilter filtriert. Zur Bestimmung der Magnesiumionen nach der Entfernung der Calciumionen werden 10 ml des Filtrates in ein 400ml Becherglas pipettiert und mit 100 ml Wasser versetzt. Danach werden 20 ml Pufferlösung eingegeben und mit 0,01 molarer ÄDTA-Lösung, wie oben beschrieben, titriert.

Die Berechnung des Magnesiums als Magnesiumsulfat nach der Entfernung des Phosphates und /oder der Calciumionen wird wie folgt vorgenommen:

$$\% \text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O} = \left\{ \frac{V1 * V3 * \text{Verbr. } 0,01 \text{ m ÄDTA-Lösg. ml} * F \text{ ÄDTA-Lösg.} * 2,465}{V2 * V4 * 1000 * \text{g Einwaage}} \right\} * 100$$

V3 = Volumen (Filtrat & Waschwasser) nach Entfernung des Phosphats und / oder des Calciums in ml (in dieser Vorschrift 100 ml)

V4 = Volumen des aus V 3 entnommenen Anteils zur Bestimmung des Magnesiums in ml (in der Vorschrift 10 ml).

Die erhaltenen Ergebnisse des Magnesiumsulfats müssen auf wasserfreie Ledersubstanz umgerechnet werden. Die Ergebnisse von Doppelbestimmungen dürfen um höchstens $\pm 0,2 \% \text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$, bezogen auf die Einwaage, voneinander abweichen. Die Bestimmungen sind bei größeren Abweichungen zu wiederholen.

Magnesiumsulfat wird in Bodenleder eingebracht, um eine zu starke Austrocknung des Leders bei ungünstigen Lagerungsbedingungen zu verhindern. Es wird Kristallwasser gebunden, das bei der Bestimmungsmethode für die Asche und die auswaschbaren Mineralstoffe durch das Glühen nicht mit erfasst wird. Nach der gesonderten Bestimmung des Magnesiums wird dieses als $\text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$ berechnet. Für dieses Bittersalz werden die oberen Grenzen des Gehaltes in Qualitätsvorschriften für pflanzlich gegerbte Bodenleder festgelegt. Überhöhte Anteile werden als künstliche Beschwerung angesehen. Sie bilden durch die Löslichkeit des Salzes in Wasser nach der Verarbeitung des Leders die Gefahr der Wanderung des Salzes in die Obermaterialien der daraus hergestellten Schuhe, so dass im Oberleder Salzränder entstehen können. Das Magnesium kann nach älteren Methoden auch gravimetrisch bestimmt werden, und zwar als Magnesiumdiphosphat oder nach neuen Verfahren mit der Atomabsorptionselektrophotometrie bzw. der Röntgenfluoreszenzanalyse.

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](https://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_gehaltes_an_wasserloeslichen_magnesiumverbindungen_magnesiumsulfat_bittersalz

Last update: 2019/04/28 11:52

