

472

545.2:669.4

STANOVENÍ VÁPNIKU A ZINKU V TVRZENÝCH KALAFUNÁCH

J. POKORNÝ, J. PŘIBYL

Pragolak, n. p., Praha

Komplexometrie — odbor odměrných stanovení, používajících komplexonu *III* (dvojsodné soli kyseliny etylendiamintetraoctové), přes svoje nesporné výhody nedoznal u nás v průmyslových laboratořích takového ohlasu, jakého by zasluhoval. Komplexometrické titrace, zavedené do analytické chemie G. Schwarzenbachem [1] a dále rozvíjené H. Flaschkou [2] a u nás R. Přibílem [3], svojí jednoduhostí a přesností předčí v řadě případů všechny dosud užívané analytické metody. V oboru kontroly výroby laků a lakařských surovin (pigmentů, sikativů atd.) lze komplexometrii využít tak mnohostranně, že považujeme za vhodné naše zkušenosti zveřejnit v několika sděleních. Tato práce je věnována analytickému hodnocení tvrzené kalafuny.

Kalafuna je dnes levnou a poměrně snadno zpracovatelnou surovinou k výrobě laků. Jelikož sama poskytuje dosti měkký a lepivý film, zvyšujeme její tvrdost tavením s vápnem, nebo kyslíčnickem zinečnatým. Tím dochází k neutralisaci přítomné kyseliny abietové na příslušnou vápenatou nebo zinečnatou sůl. Na obsahu jmenovaných kovů je přímo závislá jakost tvrzené kalafuny. Dosavadní vážkové metody jsou příliš zdlouhavé pro provozní laboratoře. Dále popsaná metoda komplexometrická dovoluje nejen rychle hodnotit výsledný produkt, ale umožňuje též kontrolu technologického procesu tvrzené kalafuny.

Pokusná část a výsledky

. Reagencie:

1. 0,1 N odměrný roztok komplexonu *III* (37,21 g dvojsodné soli kyseliny etylendiamintetraoctové, naředěné na 1000 ml destilovanou vodou). Je konstantně přechováván ve vyvařených lahvích z jenského skla. Kontrola faktoru, pokud bylo nutné, byla prováděna titrací na čistý uhličitán vápenatý.
2. 0,1 N roztok síranu hořečnatého p. a.
3. 0,1 N roztok síranu nikelnatého p. a.
4. 0,1 N roztok síranu zinečnatého p. a.

5. 0,1 N roztok uhličitanu vápenatého p. a.
6. Tlumivý roztok

| | |
|----------------------|----------|
| chlorid amonný p. a. | 54,00, |
| ammoniak p. a. 25 % | 350,00, |
| destilovaná voda ad | 1000,00. |
7. Indikátor — triturace murexidu s chloridem sodným 1 100.
8. Indikátor — roztok eriochromčerně T v metanolu p. a.

| | |
|------------------|--------|
| eriochromčerně T | 0,30, |
| borax p. a. | 1,00, |
| metanol p. a. | 50,00. |
9. Amoniak p. a.
10. Xylen p. a.
11. Kyselina chlorovodíková p. a.
12. Kyanid draselný 10% vodný roztok.

Stanovení vápníku a zinku v kalafuně

Pracovní metodika je tak jednoduchá, že lze uvést bez dalších výkladů několik pracovních návodů.

a) Stanovení vápníku přímou titrací

Příprava vzorku:

Z předem připraveného vzorku tvrzené kalafuny odváží se ca 1000 mg do tenkostěnné kádinky o obsahu ca 50 ml a navážku rozpustíme v minimálním množství xyleny. Čirý roztok se kvantitativně přelije do dělicí nálevky o obsahu 100 ml, přidá se 30 ml kyseliny chlorovodíkové 1 : 1 a důkladně se protřepe. Vodní výtřepok odpustíme do odměrné baňky o obsahu 100 ml, třepání opakujeme ještě jednou a shromážděné vodní výtřepky doplníme po známku destilovanou vodou.

Do titrační baňky o obsahu 250 ml odpipetuje se 10 ml zkoušeného roztoku, naředí se destilovanou vodou na 100 ml, přidá 10—15 ml tlumivého roztoku a 20—30 mg murexidu. Zbarvení vzorku po přidání murexidu je červenorůžové a titrací odměrným roztokem komplexonu *III* se zjišťuje konec titrace.

b) Retitrace síranem nikelnatým

K vzorku připravenému uvedeným způsobem se přidá 8 ml odměrného roztoku komplexonu *III*. V roztoku je kromě komplexonátu vápníku i volný komplexon, který propůjčí vzorku zářivě fialové zbarvení. Zjištění nadbytečného komplexonu provádí se retitrací odměrným roztokem síranu nikelnatého.

c) Stanovení zinku přímou titrací

Odpipetuje se 10 ml zkoušeného roztoku, zředí destilovanou vodou ca na 100 ml, přidá 10—15 ml tlumivého roztoku a 8—10 kapek eriochromčerně T. Vzorek zabarvený vínově červeně, titruje se odměrným roztokem komplexonu *III* do modré.

d) Stanovení zinku retitrací síranem hořečnatým

Kromě indikátoru je postup tohoto stanovení identický se stanovením *b*. Zde je používán indikátor eriochromčerně T a je titrováno odměrným roztokem síranu hořečnatého z chrpově modré do vínově červené.

e) Stanovení vápníku a zinku

K vzorku upravenému výše uvedeným způsobem přidá se 8—10 kapek eriochromčerně T, 8 ml odměrného roztoku komplexonu *III* (barva roztoku je chrpově modrá) a retitrací odměrným roztokem 0,1 N síranu hořečnatého je

Tabulka 1

| | titrační stanovení komplexonem <i>III</i> | | vážkové stanovení | |
|---|---|------------------------------|---------------------|------|
| | Ca(OH) ₂ | ZnO | Ca(OH) ₂ | ZnO |
| 1 | 5,98 5,98 5,97 5,99 | | 5,99 | |
| 2 | 6,05 6,07 6,06 6,06 | | 6,06 | |
| 3 | | 7,21 7,22 7,22 7,23 | | 7,23 |
| 4 | | 4,99 5,00 5,01 5,00 | | 5,00 |
| 5 | 4,89 4,89 4,90 4,89 | 1,53 1,53 1,53 1,52 | 4,91 | 1,54 |
| 6 | 5,33 5,34 5,34 5,34 | 1,46 1,45 1,46 1,46 | 5,35 | 1,46 |

zjištěno množství obou prvků (zabarvení zkoušeného roztoku je vínově červené). Do téhož vzorku přidá se 5—10 kapek kyanidu draselného a po deseti minutách titrujeme dále odměrným roztokem 0,1 N síranu hořečnatého do vínově červeného zabarvení. Rozdíl obou spotřeb udává obsah vápníku.

V tab. 1 je uvedeno několik výsledků analys tvrzených kalafun.

Obsah vápníku a zinku byl kontrolován vážkově. Vápník vylučován jako štavelan a vážen jako CaO. Zinek stanoven jako pyrofosforečnan $Zn_2P_2O_7$. Svrchu uvedené výsledky jsou vyjádřeny v procentech.

Souhrn

Autoři vypracovali velmi jednoduchou metodu pro hodnocení tvrzené kalafuny. Po rozpuštění kalafuny v čistém xylenu a extrakci vápníku a zinku kyselinou chlorovodíkovou, stanovili tyto odměrným roztokem komplexonu.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И ЦИНКА В ОТВЕРЖДЕННЫХ КАНИФОЛЯХ

И. ПОКОРНЫЙ, И. ПРЖИБИЛ

Праголак, народное предприятие, Прага

Выводы

Авторами разработан весьма простой метод для расценки отвержденной канифоли. Канифоль растворяют в чистом ксилоле и экстрагируют кальций и цинк соляной кислотой. Кальций и цинк определяют после того с применением рабочего раствора комплексона.

Получено в редакции 10-го марта 1954 г.

BESTIMMUNG VON KALZIUM UND ZINK IN GEHÄRTETEM KOLOPHONIUM

J. POKORNÝ, J. PŘIBYL

Pragolak, VEB, Prag

Zusammenfassung

Die Autoren haben eine sehr einfache Methode zur Bewertung gehärteten Kolophoniums ausgearbeitet. Nachdem das Kolophonium in reinem Xylol aufgelöst worden ist und nach der Extraktion des Kalziums und Zinks durch Chlorwasserstoffsäure werden die beiden Metalle titrimetrisch mittels Masslösungen von Komplexon bestimmt.

In die Redaktion eingelangt 10. III. 1954

LITERATURA

1. Schwarzenbach G. a spol., *Helv. chim. Acta* 32, 1108, 1314 (1949); 31, 678 (1948).
2. Flaschka H. a spol., *Mikrochemie* 39, 38 (1952).
3. Přibil R. a spol., *Chem. listy* 41—45 (1947—1953).

Došlo do redakcie 10. III. 1954