

ICS 59.140
分类号: Y45
备案号: 15770-2005

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2718—2005
代替 QB/T 3812.13—1999

皮革 化学试验 二氯甲烷萃取物的测定

Leather—Chemical tests—

Determination of matter soluble in dichloromethane

(ISO 4048:1977, Leather—Determination of matter soluble in
dichloromethane, MOD)

2005-03-19 发布

2005-09-01 实施

前 言

本标准是对 QB/T 3812.13—1999《皮革 二氯甲烷萃取物的测定》的修订。

本标准修改采用 ISO 4048:1977《皮革 二氯甲烷萃取物的测定》(Leather—Determination of matter soluble in dichloromethane)，该国际标准基于国际皮革工艺师和化学家联合会 (IULTCS) 标准 IUC 4。

本标准根据我国的实际情况，在采用 ISO 4048:1977 时进行了以下技术性修改：

- 将 0 介绍中的说明性内容调整到 4 原理中；
- “规范性引用文件”中将原引用的 ISO 标准，改写为引用我国的相关标准；
- 将原标准中 7.1、7.2 合并；
- 将原标准中 8“试样的制备”内容调整为 7.2；
- 为便于使用，将 8 进行细化，分为 8.1、8.2、8.3、8.4、8.5；
- 在 9.1 中增加了对计算结果的要求。

本标准还进行了以下编辑性修改：

- 删除了 ISO 标准的前言；
- 将“本国际标准”一词改为“本标准”；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“，”。

本标准与 QB/T 3812.13—1999 相比，主要变化如下：

- 增加了 2“规范性引用文件”；
- 增加了 7“取样和试样的准备”。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国皮革工业标准化技术委员会 (SAC/TC 252) 归口。

本标准起草单位：中国皮革和制鞋工业研究院。

本标准主要起草人：赵立国。

本标准于 1984 年 10 月首次发布为原国家标准 GB 4689.13—1984，1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3812.13—1999，本次为第一次修订。

本标准自实施之日起，代替原国家轻工业局发布的轻工行业标准 QB/T 3812.13—1999《皮革 二氯甲烷萃取物的测定》。

皮革 化学试验 二氯甲烷萃取物的测定

1 范围

本标准规定了皮革中二氯甲烷萃取物的测定方法。

本标准适用于各种类型的皮革。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

QB/T 2706—2005 皮革 化学、物理、机械和色牢度试验 取样部位（ISO 2418:2002, MOD）

QB/T 2708—2005 皮革 取样 批样的取样数量（ISO 2588:1985, MOD）

QB/T 2716—2005 皮革 化学试验样品的准备（ISO 4044:1977, MOD）

QB/T 2721—2005 皮革 化学试验 水溶物、水溶无机物和水溶有机物的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

萃取物

用二氯甲烷从皮革中萃取出来的油脂和其他可溶物。

4 原理

将准备好的皮革试样用二氯甲烷连续萃取，蒸发萃取物中的溶剂，在 (102 ± 2) ℃的温度下干燥萃取物并称重。

油脂和类似的物质不可能用有机溶剂全部从皮革中萃取出来，一部分是可溶解的，一部分可能与皮革相结合。另一方面，溶剂可能会溶解皮革中的非油脂物质，如硫磺和填充物质，两者都会影响到测定油脂的酸值和皂化值。

注：本方法规定的装置和程序也适用于二氯甲烷以外的溶剂对皮革进行萃取，如果因其他原因，使用了另外的溶剂或溶剂混合物，应在试验报告中进行说明。

5 试剂和材料

在分析过程中，只能使用分析纯的试剂。

5.1 二氯甲烷，沸点 $38^{\circ}\text{C}\sim 40^{\circ}\text{C}$ ，应是新蒸馏过的并保存在棕色瓶中，棕色瓶置于氧化钙上。

警告：二氯甲烷含有毒性物质成分，小心使用。

注1：二氯甲烷经长时间存放后，应进行有无形成盐酸存在的试验，操作如下：

将 0.1 mol/L 硝酸银溶液 1 mL 加到二氯甲烷 10 mL 中振荡，如果硝酸银溶液变浑浊，二氯甲烷应重新蒸馏，并按5.1的规定保存。

注2：经过本方法使用过的二氯甲烷，经过回收蒸馏，仍可使用。

6 装置

- 6.1 索式萃取器，包括容量适宜的萃取烧瓶和冷凝管。
- 6.2 滤纸筒，尺寸合适的滤纸筒或合适的玻璃滤钟。
- 6.3 烘箱，温度能控制在 $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的范围内。

7 取样和试样的准备

7.1 取样

相关方如无特殊约定，按 QB/T 2708—2005 的规定从批产品中抽样，并按 QB/T 2706—2005 的规定取样。其他取样，按合同或协议执行。如果不能从标准部位取样（如直接从鞋、服装上取样），应在试验报告中详细记录取样情况。

7.2 试样的制备

按 QB/T 2716—2005 的规定进行。

8 程序

- 8.1 称取试样 $(10 \pm 0.1)\text{g}$ ，将其均匀压到滤纸筒或玻璃滤钟内(6.2)，在试样表面覆盖一薄层事先用二氯甲烷(5.1)脱过脂的棉花。
- 8.2 将盛有两个玻璃珠的萃取烧瓶(6.1)在 $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱中加热 30 min，放入干燥器中冷却，然后称重。
- 8.3 用二氯甲烷连续萃取(见注 1)，在溶剂至少进行 30 次回流后，从含有萃取物的烧瓶中将二氯甲烷蒸出(见注 2)。
- 8.4 将萃取物在 $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱(6.3)中干燥 4 h(如果在干燥前有水珠存在，加入乙醇 1 mL~2 mL)，放入干燥器中冷却 30 min 后称重。
- 8.5 重复干燥(1h)、冷却和称重操作至少 3 次，直到两次称重相差不超过 0.01g，或总的干燥时间不超过 8 h(见注 3)。

注 1：二氯甲烷也能从皮革中溶解非油脂物质，如硫磺（如果烧瓶底部有黄色的沉淀物出现，则证明有硫磺存在）。由于硫磺能引起分析的困难，可以通过以下方法除去：

用最少量的乙醚溶解萃取物，并通过一小块棉花过滤到已称重的烧瓶中，用乙醚彻底洗涤过滤器后，在热水浴中蒸馏，将乙醚从萃取物中除去。在进行此项操作前应预先与明火隔离。如果硫磺再次沉淀，重复此操作。在乙醚蒸发后，将烧瓶和萃取物称重。

注 2：萃取物可以用于分析，如测定脂肪的酸值和皂化值，或者测定皮革中的游离脂肪酸含量。

注 3：溶剂去掉后，萃取物可以按 QB/T 2721—2005 测定水溶物的含量。

9 结果的表示

9.1 计算

二氯甲烷(或其他规定的溶剂)萃取物，以质量分数计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$\text{萃取物}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_0 ——试样的质量，单位为克(g)；

m_1 ——萃取物的质量，单位为克(g)。

结果以算术平均值表示，保留一位小数。

9.2 重复性

在同一实验室，由同一操作者所做的平行双份测定结果，相差不超过试样原始质量的0.2%。

9.3 再现性

在不同实验室，不同的操作者对同一样品进行测定的结果，相差不超过试样原始质量的0.5%。

10 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- a) 本标准编号；
 - b) 样品名称、编号、类型；
 - c) 样品的详细信息，取样与 QB/T 2706—2005 不一致的情况；
 - d) 溶剂的特性；
 - e) 试验结果及其平均值(%)；
 - f) 对试验结果有影响的任何特殊情况；
 - g) 实际操作与本标准的不同之处。
-