

ICS 59.140
分类号: Y45
备案号: 15771-2005

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2719—2005
代替 QB/T 3812.14—1999

皮革 化学试验 硫酸盐总灰分和 硫酸盐水不溶物灰分的测定

**Leather—Chemical tests—Determination of sulphated total ash and
sulphated water-insoluble ash**

(ISO 4047:1977, Leather—Determination of sulphated total ash and
sulphated water-insoluble ash, MOD)

2005-03-19 发布

2005-09-01 实施

前 言

本标准是对 QB/T 3812.14—1999《皮革 硫酸盐总灰分和硫酸盐不溶物灰分的测定》的修订。

本标准修改采用 ISO 4047:1977《皮革 硫酸盐总灰分和硫酸盐不溶物灰分的测定》(Leather—Determination of sulphated total ash and sulphated water-insoluble ash), 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 7。

本标准根据我国的实际情况, 在采用 ISO 4047:1977 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;
- 将 1 范围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 8.1 “试样的制备”内容调整为 7.2;
- 在 9 中增加了 9.1.3 结果的表示。

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 3812.14—1999 相比, 主要变化如下:

- 增加了 2 “规范性引用文件”;
- 增加了“试样的制备”;
- 增加了 9.1.3 结果的表示。

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 4689.14—1984, 1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3812.14—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 3812.14—1999《皮革 硫酸盐总灰分和硫酸盐不溶物灰分的测定》。

皮革 化学试验 硫酸盐总灰分和 硫酸盐不溶物灰分的测定

1 范围

本标准规定了皮革硫酸盐总灰分和硫酸盐不溶物灰分的测定方法。

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

硫酸盐总灰分

在规定的条件下皮革炭化后用硫酸处理，并在 800℃ 灼烧下灰化得到的残余物。

3.2

硫酸盐不溶物灰分

按 QB/T 2721—2005 的规定用水进行萃取后的皮革，经炭化、硫酸化后，在规定条件下灰化后得到的残余物。

4 原理

皮革炭化后用硫酸处理，并在敞口的坩埚中进行灰化。

由皮革灰化所得到矿物质的含量，由于分解、还原或某些盐类的挥发逸失，而与实际含量不同。用硫酸处理灰分，其中盐和氧化物都转化为硫化物。但有些盐类在选定的某一灼烧温度下能再次转变成氧化物。

测定的结果可能会由于皮革中存在有机金属化合物而不准确，比如有机硅的存在。

测定总矿物质的含量，如在皮革的全分析范围内，水溶物含量和水不溶物含量用计算或分别测定来确定。

用这个方法不能测定铵盐（与 QB/T 2721—2005 比较）。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 硫酸（1 mol/L）。

5.2 硝酸铵溶液 (100 g/L)。

6 装置

6.1 坩埚和蒸发皿, 上过釉的瓷的、铂的或石英的。

6.2 马弗炉, 保持温度接近 800℃, 但不能超过 800℃ (见 8.1 注 4)。

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 硫酸盐总灰分

称取试样 2 g~5 g (见 8.1 注 1), 精确到 0.001 g, 放在预先加热到 800℃、冷却并称过重坩埚 (6.1) 中, 用低火焰小心进行炭化, 这样皮革就会在小火焰下炭化。炭化多油脂的皮革要特别小心, 使皮革缓慢炭化。然后用硫酸溶液 (5.1) 彻底润湿, 并在低火焰上进行加热, 直到没有三氧化硫的烟出现。强烈加热, 然后在马弗炉 (6.2) 中在 800℃ 温度进行灼烧, 直到完全灰化 (见注 2、注 3 和注 4)。在干燥器中冷却, 称重。重复加酸、加热、冷却和称重等步骤, 直到残余物的质量不变 (见注 5)。

注 1: 用可挥发性的有机金属化合物填充的皮革, 在测定硫酸盐总灰分之前, 最好用二氯甲烷进行萃取。

注 2: 如果加热到 800℃ 时仍得不到无碳的残余物, 残余物应用少量的硝酸铵溶液 (5.2) 润湿, 再重复加热, 直到得到无碳的灰分。

注 3: 如果不能完全灰化, 甚至加入硝酸铵也灰化不完全, 将坩埚中的内容物用热水萃取, 用无灰滤纸进行过滤。

将含炭残余物和滤纸一同进行灰化, 将滤液放到坩埚中, 在水浴上蒸发, 重新在 800℃ 温度下加热, 直到最后的可见到的碳化成分消失, 在干燥器中冷却, 称重。

注 4: 当温度超过 800℃ 时, 可能会有一些无机盐的挥发, 导致残余物的质量损失。因此, 控制马弗炉的温度不能超过 800℃ 是十分重要的。

注 5: 如果需要测定灰分的组成 (如三氧化二铬、氧化铝、氧化铁等) 和矿物质杂质中的阳离子, 应保留硫酸盐总灰分。

8.2 硫酸盐不溶物灰分

按 QB/T 2721—2005 的规定萃取出试样的水溶物, 萃取过的试样经过干燥后 (见注), 按 8.1 进行。

注: 对于单独测定硫酸盐不溶物灰分的情况, 不一定需要按 QB/T 2721—2005 测定水溶物后, 把经过萃取、干燥的皮革全部去灰化。可以将经过空气干燥的皮革混合, 称取其中的一部分进行灰化。

9 结果的表示

9.1 计算

9.1.1 硫酸盐总灰分

硫酸盐总灰分, 以质量分数计, 数值以 % 表示, 按式 (1) 计算:

$$\text{硫酸盐总灰分}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——试样的原始质量,单位为克(g);

m_1 ——硫酸盐总灰分的质量,单位为克(g)。

9.1.2 硫酸盐水不溶物灰分

硫酸盐水不溶物灰分,以质量分数计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$\text{硫酸盐水不溶物灰分}(\%) = \frac{m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_0 ——试样的原始质量,单位为克(g);

m_2 ——硫酸盐水不溶物灰分的质量,单位为克(g)。

9.1.3 结果的表示

结果以算术平均值表示,保留一位小数。

注:如果已分别测定出硫酸盐总灰分和硫酸盐水溶物灰分含量,硫酸盐水不溶物灰分的质量分数也可以通过硫酸盐总灰分的质量分数减去硫酸盐水溶物灰分的质量分数来计算。

9.2 重复性

同一操作者两次平行试验的结果相差不超过试样原始质量的0.1%。如果相差太大,应重新进行试验。

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) 试验条件(标准空气:20℃/65%或23℃/50%);
- e) 试验结果;
- 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。