

ICS 59.140
分类号: Y45
备案号: 15773-2005

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2721—2005
代替 QB/T 3812.16—1999

皮革 化学试验 水溶物、水溶无机物和水溶有机物的测定

Leather—Chemical tests—Determination of water-soluble matter, water-soluble inorganic matter and water-soluble organic matter

2005-03-19 发布

2005-09-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是对 QB/T 3812.16—1999《皮革 水溶物、水溶无机物、水溶有机物的测定》的修订。

本标准修改采用国际皮革工艺师与化学家联合会(IULTCS)标准 IUC 6《水溶物、水溶无机物和水溶有机物的测定》(Determination of water soluble matter, water soluble inorganic matter and soluble organic matter)标准,该标准已被国际标准化组织(ISO)转化为 ISO/DIS 4098:2003《皮革 化学试验 水溶物、水溶无机物和水溶有机物的测定》(Leather—Chemical tests—Determination of water-soluble matter, water soluble-inorganic matter and soluble-organic matter)国际标准草案。

本标准根据我国的实际情况,在采用 IUC 6 标准时进行了以下技术性修改:

- 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 IUC 标准,改写为引用我国的相关标准;
- 将原标准中 3、4 的顺序进行了前后调整;
- 根据我国习惯,将 7 试样部分进行了细化,分为 7.1、7.2、7.3,便于使用;
- 在 10 中增加了对计算结果的要求;
- 将原标准中 11、12 的顺序进行了前后调整。

本标准还进行了以下编辑性修改:

- 删除了 IUC 标准的前言;
 - 将“本 IULTCS 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 3812.16—1999 相比,主要变化如下:
- 增加了 2 “规范性引用文件”;
 - 将“取样”进行了调整和细化。

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 4689.16—1984,1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3812.16—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 3812.16—1999《皮革 水溶物、水溶无机物、水溶有机物的测定》。

皮革 化学试验 水溶物、水溶无机物和水溶有机物的测定

1 范围

本标准规定了皮革中水溶物、水溶无机物和水溶有机物的测定方法。
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。

GB/T 6682—1992 分析试验室用水规格和试验方法

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 2707—2005 皮革 物理和机械试验 试样的准备和调节 (ISO 2419:2002, MOD)

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

QB/T 2718—2005 皮革 化学试验 二氯甲烷萃取物的测定 (ISO 4048:1977, MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

水溶物

在本方法规定的条件下，从皮革中溶解到水中的物质。这些物质主要是有机鞣剂、无机鞣剂和矿物质等。

3.2

水溶无机物

用本方法制备出来的水溶物的硫酸盐灰分。

3.3

水溶有机物

水溶物含量减去水溶无机物含量的差。

4 原理

制备好的试样在规定的条件下用水萃取，萃取物蒸发后在 (102 ± 2) ℃的温度下干燥，可以测定出水溶物含量。再将残余物在700℃的温度下进行硫酸化和灰化，测定出水溶无机物。水溶有机物含量即为水溶物含量与水溶无机物含量的差值。

从分析中得到的结果取决于以下因素：

- 皮革的切割程度；
- 萃取温度；
- 萃取时间；
- 皮革和水的比例。

为了得到可比性的结果，应严格遵守试验条件。

在所有的情况下，滤液中的铵盐都是水溶物的一部分，铵盐受热时分解，因此被计算到水溶有机物的含量中。如果测定铵盐的浓度，可以在滤液中单独测出。

5 试剂和材料

5.1 硫酸 (1 mol/L)。

5.2 蒸馏水或去离子水，符合 GB/T 6682—1992 中三级水的规定。

6 装置

6.1 具塞广颈烧瓶，500 mL。

6.2 量筒，500 mL。

6.3 移液管，50 mL。

6.4 平底蒸发皿，石英、铂或瓷制，50 mL。

6.5 振荡机， (50 ± 10) r/min。

6.6 温度计， $0^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ 。

6.7 多折定性滤纸。

6.8 沸水或水浴锅。

6.9 烘箱，能保持 $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的温度。

6.10 马弗炉，保持温度接近 700°C ，但不应超过 700°C (见 9.4)。

6.11 干燥器。

6.12 分析天平，精确至 0.001 g。

7 取样和试样的准备

7.1 取样

按 QB/T 2706—2005 的规定进行。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。

7.3 试样的空气调节

称样之前，按 QB/T 2707—2005 的规定进行。

8 程序

称取试样约 10 g，按 QB/T 2718—2005 的规定进行萃取。将萃取过的试样进行干燥，按 QB/T 2707—2005 的规定进行空气调节。

准确称取经过空气调节的已经过油脂抽提的试样约 5 g，此质量记为 m_0 。

将试样转移到 500 mL 的烧瓶 (6.1) 中，加入温度为 $(22.5 \pm 2.5)^{\circ}\text{C}$ 的蒸馏水 250 mL，塞紧塞子，在振荡机 (6.5) 上振荡，振荡频率 (50 ± 10) r/min，在 $(22.5 \pm 2.5)^{\circ}\text{C}$ 温度下振荡 2 h (见 9.1)。

用多折滤纸 (6.7) 过滤烧瓶中的萃取液，直到滤液澄清。舍弃最初的 50 mL，在随后的滤液中吸取滤液 50 mL，测定水溶有机物和水溶无机物 (见 9.2 和 9.3)。

8.1 水溶物

用移液管 (6.3) 吸取滤液 50.0 mL 到已经马弗炉 (6.10) 在 700°C 下加热并在干燥器中冷却后准确称重的蒸发皿 (6.4) 中，将蒸发皿放在水浴锅 (6.8) 上加热，使滤液蒸发。将残余物在 $(102 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的温度下在烘箱 (6.9) 中干燥 2 h，然后在干燥器中冷却，小干燥器中只能放入一个蒸发皿，大干燥器中不应

超过两个。快速称重，重复干燥、冷却和称重步骤，直到质量的减少不超过 2 mg，或总干燥时间达到 8 h，记录最后的质量。

8.2 水溶无机物

在蒸发皿(6.4)中用正好足够量的硫酸(1 mol/L)将 8.1 中得到的残余物彻底润湿(见 9.2)，在低火焰下缓慢加热，直到看不见三氧化硫浓烟为止。用强火加热，直到蒸发皿达到红热状态，转移到马弗炉(6.10)中在 700℃下加热 15 min(见 9.4)。在干燥器中冷却，快速称重。重复加酸、加热、冷却和称重，直到残余物的质量恒定。

9 操作注意事项

9.1 如果在实验室中不能够保持规定的(22.5±2)℃的萃取温度，建议使用容量为 650 mL~750 mL 的保温瓶。温度值的范围比允许温度范围大约 0.5%。

9.2 水溶物和水溶无机物可分别进行测定。水溶物的测定按 8.1，将滤液 50 mL 放在预先干燥的铂、石英、银、瓷或玻璃蒸发皿中，在(102±2)℃温度下进行蒸发来测定。水溶无机物的测定按 8.2，将滤液另外 50 mL 放在预先加热的石英、铂或上过釉的瓷制蒸发皿中进行蒸发灼烧来测定。

9.3 如果水溶无机物的质量少于皮革质量的 2.0%，建议使用滤液 100 mL 或 200 mL。当结果可能小于 1.0%的情况下，使用滤液 100 mL 或 200 mL。

9.4 当温度超过 700℃后，可能会有一些无机盐的蒸发，导致残余物的质量损失。因此，控制马弗炉的温度不能超过 700℃是十分重要的。

10 结果的表示

水溶物 T_{ws} ，以质量分数计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$T_{ws} = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

T_{ws} ——水溶物含量，%；

m_0 ——经过空气调节和油脂抽提的试样的原始质量，单位为克(g)；

m_1 ——残余物的质量，单位为克(g)。

水溶无机物 I_{ws} ，以质量分数计，数值以%表示，按式(2)计算：

$$I_{ws} = \frac{m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

I_{ws} ——水溶无机物含量，%；

m_0 ——经过空气调节和油脂抽提的试样的原始质量，单位为克(g)；

m_2 ——硫酸化残余物的质量，单位为克(g)。

水溶有机物 O_{ws} ，以质量分数计，数值以%表示，按式(3)计算：

$$O_{ws} = T_{ws} - I_{ws} \quad \dots\dots\dots (3)$$

结果保留一位小数。

11 重复性

两次试验的结果相差不超过试样原始质量的 2%。

12 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。
-