

ICS 59.140
分类号: Y45
备案号: 15774-2005

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2722—2005
代替 QB/T 3812.17—1999

皮革 化学试验 含氮量和“皮质” 的测定: 滴定法

**Leather—Chemical tests—Determination of nitrogen content and
“hide substance”—Titrimetric method**

(ISO 5397:1984, Leather—Determination of nitrogen content and
“hide substance”—Titrimetric method, MOD)

2005-03-19 发布

2005-09-01 实施

前 言

本标准是对 QB/T 3812.17—1999《皮革 含氮量和“皮质”的测定 滴定法》的修订。

本标准修改采用 ISO 5397:1984《皮革 含氮量和“皮质”的测定 滴定法》(Leather—Determination of nitrogen content and “hide substance”—Titrimetric method), 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 10。

本标准根据我国的实际情况, 在采用 ISO 5397:1984 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“注”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, 并取消了对 ISO 385《实验室玻璃仪器 滴定管》标准的引用;
- 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;
- 将原标准 8.2、8.3 的前后顺序进行了调整。

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 3812.17—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”;
- 9.1.1 计算公式按 ISO 5397:1984 的规定表示。

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 4689.17—1984, 1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3812.17—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 3812.17—1999《皮革 含氮量和“皮质”的测定 滴定法》。

皮革 化学试验 含氮量和“皮质”的测定：滴定法

1 范围

本标准规定了皮革中含氮量和“皮质”的测定方法——滴定法。
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）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

皮质

将皮革中的含氮量乘以 5.62 计算出来的含氮物质。

4 原理

用凯氏定氮法消解试样，用蒸馏方法将游离氨蒸出，并用酚酞做指示剂，用硫酸或盐酸滴定氨的含量。

根据 Schroder 和 Passler 所获得的结果，各种动物皮张的油脂和无灰分的“干物质”其含氮量是不同的，但事实上某些动物皮中的含氮量是稳定的，所以可以从含氮量来测定“皮质”含量。

注：某些含氮物质（如某些固定剂、合成鞣剂、阳离子油和染料）会影响到“皮质”值。如果这些物质存在，不可能得到准确的“皮质”含量。

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 发烟硫酸，质量分数为 7% 的游离三氧化硫（SO₃），或质量分数为 98% 的硫酸。

5.2 催化剂混合物，能够有效地缩短消解时间的合适的催化剂混合物都可以使用。以下是一些催化剂混合物的示例：

- a) 无水硫酸铜 100 mg、无水硫酸钾 6 g~8 g。
b) 硒 10 g、无水硫酸铜 25 g、无水硫酸钾 350 g。

催化剂的制备（最好在球磨机中进行混合），大约使用比例为催化剂 5 g 和试验组分 3 g。

5.3 硼酸，无硼酸盐的饱和水溶液，可加入合适的指示剂。例如，在 1 L 中可加入下列混合指示剂溶液 2 mL：质量分数为 0.06% 的甲基红和质量分数为 0.04% 的次甲基蓝溶于体积分数为 96% 的乙醇中。

5.4 氢氧化钠，质量分数为 35% 的溶液。

5.5 硫酸标准溶液 [$c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.5 \text{mol/L}$]，或者盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.5 \text{mol/L}$]

5.6 酚酞指示剂，指示剂 (10g/L) 溶于体积分数为 50% 的乙醇中。

6 装置

6.1 凯式烧瓶，如果使用外部的蒸汽来蒸馏，具有 230mL~300mL 的合适容量。

6.2 合适的蒸馏设备。

6.3 滴定管，具有合适的量程。

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 称样

用称量瓶称取试样 3g（铬鞣革 2g），精确到 0.001g，并将其等量转移到凯氏烧瓶(6.1)中(见 10.2)。

8.2 测定

加入硫酸(5.1) 30mL 和催化剂混合物(5.2) 约 5g 到装有试样的凯氏烧瓶(8.1)中，然后加热，开始时用小火焰，然后用较大的火焰，直到沸腾。在全部炭被氧化后再加热 1h。

如果使用外来蒸汽，让消解物冷却，用水约 50mL 进行稀释。再冷却后，将其转移到蒸馏瓶(6.2)。用水洗涤凯氏烧瓶两次，加入酚酞溶液(5.6) 几滴，用过量(约为 70mL)的氢氧化钠溶液(5.4) 使溶液呈碱性，用蒸汽蒸馏。如果在 700mL 的凯氏烧瓶中进行消解，冷却后用水 250mL 进行稀释，加入几个防暴沸材料和酚酞溶液几滴，再加过量(约 70mL)的氢氧化钠使溶液呈碱性。用一根弯曲两次的玻璃管将烧瓶和垂直的冷凝器连接，最好加上一个防溅头。

将氨用水蒸气蒸馏到盛有饱和硼酸 100mL 和指示剂溶液(5.3) 的接收器中，冷凝管应浸在硼酸溶液中，蒸馏出的氨使指示剂显示绿色。

得到蒸馏液 150mL~250mL 后，停止蒸馏。在结束蒸馏前，将接收器降低使冷凝管末端不再浸入到溶液中。再蒸馏约 3min，用水洗涤冷凝器的末端。

用硫酸或盐酸标准溶液(5.5) 滴定氨到 pH 为 4.6。当使用指示剂(5.3) 时，滴定到刚出现浅粉红色，而不消退。

平行测定两次。

8.3 空白试验

在测定的同时，按 8.2 进行空白试验。

9 结果的表示

9.1 计算

9.1.1 含氮量

含氮量 N ，以质量分数计，数值以 % 表示，按式 (1) 计算：

$$N = \frac{V}{m} \times 0.7 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定中消耗的硫酸或盐酸标准溶液体积数（经过空白试验校正），单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

如果符合 9.2 规定的重复性要求，取两次平行试验结果的算术平均值为试验结果，保留一位小数。

9.1.2 皮质

“皮质” H ，以质量分数计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$H = N \times 5.62 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

N ——含氮量。

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 0.1%。

10 操作注意事项

10.1 使用 8.1 规定的试样质量和 5.5 规定的酸进行滴定，终点非常敏锐和明显。

10.2 可以使用试样 0.5 g，精确到 0.0002 g，用浓的或发烟硫酸（5.1）15 mL~20 mL 和催化剂（5.2）2.5 g，用 5.5 规定的 1/5 浓度的酸滴定氮。

11 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) 试验结果和使用的方法；
- e) 对试验结果有影响的任何特殊情况；
- f) 实际操作与本标准的不同之处。