

分类号: Y45

# QB

## 中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 3812.17—1999

---

### 皮革 含氮量 和“皮质”的测定 滴定法

1999-04-21 发布

1999-04-21 实施

---

国家轻工业局 发布

## 前 言

本标准是原国家标准 GB 4689.17—1984《皮革 含氮量和“皮质”的测定 滴定法》，经由国轻行〔1999〕112号文发布转化标准号为 QB/T 3812.17—1999，内容不变。

本标准等效采用 ISO 5397:1984《皮革 含氮量和“皮质”的测定 滴定法》。

本标准由国家轻工业局行业管理司提出。

本标准由全国毛皮制革标准化中心归口。

本标准由轻工业部毛皮制革工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人：黄以祥。

皮革 含氮量和  
“皮质”的测定 滴定法

本标准规定了测定皮革含氮量和“皮质”的方法—滴定法，适用于用各种鞣制方法制成的各种类型的皮革。

从含氮量来测定“皮质”是根据司古达 (Schrode) 和派司勒 (Passler) 所获得的结果，即：无油脂和灰分的各种动物皮的干物质，其含氮量略有不同，但某些动物的含氮量实际上是个常数。

本标准等效采用国际标准 ISO 5397—1984《皮革—含氮量和“皮质”的测定—滴定法》。

注：其他含氮物质（如：某些固定剂合成鞣剂，阳离子加脂剂和染料）会使“皮质”的数值失真。如有这些材料存在，就不可能获得准确的“皮质”量。

### 1 定义

皮质：是由含氮量乘以因数5.62计算而得。

### 2 原理

用凯氏定氮法消解一部分样品。用普通的方法将游离氨蒸出。用硫酸或盐酸滴定氮的含量。

### 3 试剂

在分析过程中所用的试剂是指分析纯试剂，所用的水应是蒸馏水或与蒸馏水同等纯度的水。

3.1 发烟硫酸：7% (m/m) 的游离  $\text{SO}_3$  或 98% (m/m) 的硫酸。

#### 3.2 催化剂混合物

凡能较大地缩短消解时间的任何合适的催化剂混合物都可使用。下列所示的就是这些催化剂混合物。

a. 100 mg 无水硫酸铜、6~8 g 无水硫酸钾。

b. 10 g 硒、25 g 无水硫酸铜、350 g 无水硫酸钾。

催化剂原材料的制备（最好用球磨混合），使用时催化剂与试样重量之比约为 5 g : 3 g。

3.3 硼酸：无硼酸盐的饱和水溶液，如果可能加入合适的指示剂，例如，在 1 L 中可加入下列混合指示剂溶液 2 ml：在 95% 乙醇中，加入 0.06% 甲基红和 0.04% 次甲基蓝。

3.4 氢氧化钠：35% 溶液。

3.5 0.5 N 硫酸标准溶液或 0.5 N 盐酸标准溶液。

3.6 酚酞：1% 乙醇溶液（乙醇：水 = 1.1）。

### 4 仪器

试验室一般仪器和特殊仪器。

4.1 凯氏烧瓶：230~300 ml。

4.2 合适的蒸馏仪器。

4.3 滴定管。

## 5 取样

5.1 整张革：如有关双方无其他取样的协议，可按GB 4689.3—84《皮革—取样—批样的取样数量》的规定从批样中抽取样品。按GB 4689.1—84《皮革—试验室样品—部位和标志》的规定从样块上切取试样。

5.2 其他：根据要求可按有关规定或合同进行取样。

## 6 操作方法

### 6.1 称样

称取3g磨碎的试样（铬鞣革2g），精确到0.001g。按GB 4689.11—84《皮革—化学试验样品的制备》的规定制备，放在一个小的称瓶中，并将它定量地转移到凯氏烧瓶（4.1）里。

### 6.2 测定

加入30ml硫酸（3.1）和约5g催化剂混合物（3.2）到装有试样（6.1）的凯氏烧瓶里，然后加热到沸腾，开始用低火焰以后用较大的火焰，直到全部碳氧化后再加热1h。如果使用外来蒸汽，那么要使消解物冷却后再用50ml左右的水进行稀释。再冷却后转移到蒸馏烧瓶中（见4.2）。用水洗涤凯氏烧瓶两次，加入几滴酚酞溶液（3.6），用过量的氢氧化钠（3.4）（约70ml）使溶液呈碱性，然后用水蒸气蒸馏。如果是在700ml凯氏烧瓶中进行消解的，冷却后可用250ml水进行稀释，加入几片防暴沸材料和几滴酚酞溶液，再加过量（约70ml）氢氧化钠溶液使呈碱性。用一玻璃管弯曲二次与垂直的冷凝管相接，最好加上一个防溅头。

将氨用水蒸气蒸馏到盛有100ml饱和硼酸和指示剂溶液（3.3）的接受器中。冷凝管要浸在硼酸溶液里。蒸出来的氨使指示剂变绿色。

获得150~200ml蒸馏液后，停止蒸馏。在完成蒸馏之前，放低接受器的位置，使冷凝管末端不再浸在溶液里。再蒸馏约3min，用水洗涤冷凝管的末端。

用硫酸或盐酸溶液（3.5）滴定氨到pH为4.6。当使用指示剂（3.3）时，应滴定到第一次稳定的淡粉红色。

测定应做平行双份。

### 6.3 空白试验

同时，用同样测定步骤进行空白试验。

## 7 结果的表示

### 7.1 计算

7.1.1 氮百分含量按式（1）计算<sup>1)</sup>：

$$\text{氮}(\%) = \frac{N(V - V_0) \times 0.014}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：N——硫酸或盐酸标准溶液当量浓度；

V——滴定试样消耗的硫酸或盐酸标准溶液体积，ml；

V<sub>0</sub>——滴定空白消耗的硫酸或盐酸标准溶液体积，ml；

采用说明：

1) 计算公式表示方式进行了修改。

$m$  —— 试样质量, g;

0.014 —— 每毫克当量氮的克数。

如果符合7.2条规定的重复性的要求,其结果应是平行双份的平均值,保留一位小数。

7.1.2 “皮质”(H)以重量百分数表示,按式(2)计算:

$$H(\%) = 5.62 \times \text{氮}(\%) \quad \dots\dots\dots (2)$$

结果应按绝干换算。

## 7.2 重复性

同一操作者在同一试验室平行双份的误差不得超过样品原始重量的0.1%。

## 8 操作注意事项

8.1 用上述试样的重量和用3.5条规定的酸进行滴定,终点非常清晰敏锐。

8.2 测定也可用0.5g的革样,称重准确到0.0002g,并用15~20ml浓的或发烟硫酸(3.1)以及2.5g催化剂(3.2),用3.5条规定的1/5浓度的酸来滴定氨。

## 9 试验报告

试验报告应包括以下特殊情况的说明:

- a. 是否采用本标准;
- b. 试样标志应完整;
- c. 试验结果和所使用的方法;
- d. 记录在测定中任何非一般性的特点;
- e. 提出任何非本标准规定的操作,或是采用标准中的参考说明或是自选方法。