

制革用加脂剂测试方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了制革用加脂剂的测试方法。

本标准适用于各种皮革加脂用的天然油脂加工产品和以磺氯酰化为主的阴离子型合成加脂剂。

2 测试通则

2.1 进行测试时必须把样品加温到 30~35℃,并充分混合后,取试样。

2.2 各测试项目,应同时取两份试样(除乳化稳定性及乳化能力以外)进行平行试验。

2.3 平行试验结果的误差,在允许范围内时,取其算术平均值做为测试结果,超过时应另取试样重新测试。

2.4 报告各测试结果时,应符合表 1 要求。

表 1

测试项目	计量单位	测定值	测试结果
色 度	g/L	小数点后二位	小数点后一位
水 分	%	小数点后一位	整数位
pH 值	—	小数点后二位	小数点后一位
氯离子 (以氯化钠含量计)	%	小数点后二位	小数点后一位
比 重	—	小数点后三位	小数点后二位

3 测试方法

3.1 色度

适用于阴离子型合成加脂剂。

3.1.1 原理

采用碘色度目视比色法。

将标准溶液和被测溶液在同样条件下进行比较,当溶液层厚度相同,颜色深度一样时,两者的色度相等。

3.1.2 仪器

- a. 纳氏比色管:50 mL;
- b. 烧杯:200 mL;
- c. 棕色容量瓶:1 000 mL;
- d. 棕色磨口试剂瓶:1 000 mL;

QB/T 2158—1995

- e. 分析天平:感量 0.000 1 g;
- f. 托盘天平:感量 0.1 g。

3.1.3 试剂

- a. 碘:分析纯;
- b. 碘化钾:分析纯;
- c. 石油醚:分析纯(60~90℃)。

3.1.4 碘色度标准溶液配制

称取碘 4 g(准确至 0.000 2 g),加碘化钾 8 g(准确至 0.1 g),加 25 mL 蒸馏水,混匀,待碘全部溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用少量蒸馏水洗涤烧杯数次,一起并入容量瓶内,稀释至刻度,摇匀溶液保存于棕色瓶中,放置 2~3 天后使用,此溶液即相当于每一升溶液中含有 4 g 碘。

准确吸取上述溶液 25.00,50.00,75.00……mL,移入 100 mL 容量瓶中,分别用蒸馏水稀释到刻度,即相当于每升中含碘 1,2,3……g。可根据样品色度需要自行配制。

3.1.5 步骤

将待测样品,注入 50 mL 比色管中到标线,在白色背景下,用目测法与同体积色度标准液进行比较,结果以含碘 g/L 表示。

注:① 由于碘溶液有感光性,不用时藏于暗处,保存一个月。

② 样品色度超过 4 g/L 时,需用 60~90℃石油醚,稀释后进行比色。

3.2 水分的测定

3.2.1 原理

采用蒸馏法。

甲苯或二甲苯等烃类溶剂与油脂中水分形成非均匀共沸混合物,而从油脂中蒸出,冷凝后溶剂与水分离,收集在有刻度的管中读取其体积。

3.2.2 仪器

- a. 500 mL 水分测定仪;
- b. 分析天平:感量 0.001 g。

3.2.3 试剂

甲苯或二甲苯:分析纯。

3.2.4 步骤

称取试样 20 g(准确到 0.001 g)¹⁾于水分测定仪的圆底烧瓶内,放入几粒玻璃珠或瓷片,然后加入 50 mL 甲苯(或二甲苯),将仪器部分连接好,用装有调压变压器的电炉加热,控制蒸馏速度为每秒钟 2~4 滴,当刻度管中水的体积不再增加而溶剂上层完全透明时,停止蒸馏,冷却到室温,冷凝管用少量甲苯冲洗,等甲苯和水在刻度管内明显分层后,读取刻度管下层水的体积。

注:1) 试样中含水分超过 20.0%时试样减为 10 g。

3.2.5 计算

$$A = \frac{V \times D}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: A——水分百分含量, %;

V——刻度管下层的体积, mL;

D——水的密度, g/mL;

G——试样质量, g。

3.2.6 允许误差

两次平行测定结果之差不大于 0.5%。

3.3 pH 值的测定

3.3.1 原理

把试样稀释到规定的浓度,并用 pH 计测定其溶液 pH 值。

3.3.2 仪器

- a. 托盘天平:感量 0.1 g;
- b. pH 计:最小刻度 0.02 单位;
- c. 烧杯:50 mL。

3.3.3 步骤

称取试样 5 g(准确至 0.1 g)于 50 mL 烧杯内,用 45 mL 蒸馏水溶解稀释,搅拌后在 pH 计上测定。

3.3.4 允许误差

两次平行测定结果之差不大于 0.10。

3.4 乳化稳定性的测定

3.4.1 原理

在常用的皮革加脂温度下,以目测观察乳化液体有无出油及分层情况,判断皮革加脂剂水乳液的存放稳定性和对电解质的稳定性。

3.4.2 仪器

具塞量筒:100 mL。

3.4.3 1:9 稀释稳定性

取 55~60℃热蒸馏水 90 mL 于 100 mL 具塞量筒内,加入试样 10 mL,塞紧量筒塞,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在 25~30℃静置 24 h。

3.4.4 1:4 稀释稳定性

取 55~60℃热蒸馏水 80 mL 于 100 mL 具塞量筒内,加入 20 mL 试样,塞紧量筒塞,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在 25~30℃静置 8 h。

3.4.5 1:2 稀释稳定性

取 55~60℃热蒸馏水 60 mL 于 100 mL 具塞量筒内,加入试样 30 mL,塞紧量筒塞,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在(30±2)℃保温箱内静置 4 h。

3.4.6 对 10%栲胶的稳定性

取 55~60℃热蒸馏水 80 mL 于 100 mL 具塞量筒内,加入试样 10 mL,塞紧量筒塞,摇匀,再加入 10%杨梅栲胶溶液 10 mL,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在 25~35℃静置 4 h。

3.4.7 对 10%铬盐的稳定性

取 55~60℃热蒸馏水 80 mL 于 100 mL 具塞量筒内,加入试样 10 mL,塞紧量筒塞,摇匀,再加入 10%硫酸铬钾溶液 10 mL,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在 25~35℃静置 4 h。

3.4.8 对 1 mol/L 盐酸的稳定性

取 55~60℃热蒸馏水 80 mL 于 100 mL 具塞量筒内,加入试样 10 mL,摇匀,再加入 1 mol/L 盐酸 10 mL,塞紧量筒塞,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在 25~35℃静置 4 h。

3.4.9 对 1 mol/L 氢氧化铵的稳定性

取 55~60℃热蒸馏水 80 mL 于 100 mL 具塞量筒内,加入试样 10 mL,摇匀,再加入 1 mol/L 氢氧化铵 10 mL,塞紧量筒塞,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在 25~35℃静置 4 h。

3.5 乳化能力的测定

3.5.1 原理

加脂剂与鱼肝油以一定比例进行充分混合后加入水中,经振荡生成乳化液,静置后根据乳化液变化情况判断加脂剂的乳化能力。

3.5.2 仪器

- a. 具塞量筒:100 mL;

QB/T 2158—1995

b. 托盘天平:感量 0.1 g。

3.5.3 试剂

医用鱼肝油。

3.5.4 步骤

称取试样 8.5 g(准确至 0.1 g)于 100 mL 烧杯内,加入医用鱼肝油 1.5 g(准确至 0.1 g),在水浴上加热并不断搅拌,使乳化成透明状。取 55~60℃热蒸馏水 70 mL 于 100 mL 具塞量筒内,将乳化好的试样加入其中,并用 55~60℃热蒸馏水 20 mL 分三次洗涤烧杯,将洗液一起并入具塞量筒内,上下翻动 1 min(约 30 次),摇匀后在 25~35℃放置 8 h,观察变化情况。

3.6 比重的测定

3.6.1 原理

在一定温度下测得浮锤在试样中的浮力,即为该试样在该温度时的比重。

3.6.2 仪器

韦氏比重天平。

3.6.3 步骤

仪器调整后,在放着浮标的玻璃圆筒中灌注足以浸没全部浮标的试样(温度 20℃),使悬挂浮标的白金丝浸入液体中约 1 cm。

浮标浸入液体时,平衡被破坏,秤杆的左臂就往下垂,这时应在秤杆的切口处挂上游码,使仪器的两个尖端恰好互相对准时,就是秤杆已处于平衡状态,即可读取数值,精确至 0.001。

3.7 氯离子的测定(以氯化钠含量计)

3.7.1 原理

本方法采用银量法中的伏尔哈德法,加入一定过量的硝酸银标准溶液于被测试液中,再用硫氰酸铵标准溶液来滴定剩余量的硝酸银溶液,过量的硫氰酸根离子与铁铵矾中的铁离子反应生成红色的硫氰酸铁络合物指示终点。

反应如下: $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \longrightarrow \text{AgCl} \downarrow$ (白色)

$\text{Ag}^+ + \text{SCN}^- \longrightarrow \text{AgSCN} \downarrow$ (白色)

$\text{Fe}^{3+} + 3\text{SCN}^- \longrightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3$ (红色)

3.7.2 试剂

- 硝酸:4 mol/L;
- 硝酸银:0.05 mol/L;
- 硫氰酸铵:0.05 mol/L;
- 饱和铁铵矾溶液:浓度约 40%。

3.7.3 步骤

用滴瓶以减量法称取试样 3 g(准确到 0.000 2 g),置于 250 mL 容量瓶中,加入 4 mol/L 硝酸 5 mL,用蒸馏水冲洗瓶口,再用蒸馏水稀释至标线,摇匀后,准确吸取该溶液 25.00 mL 于锥形瓶中,准确加入 0.05 mol/L 硝酸银 10.00 mL,饱和铁铵矾指示剂 2 mL,摇匀后,以 0.05 mol/L 标准硫氰酸铵滴定至红色即为终点,同时作一空白试验。

3.7.4 计算

$$B = \frac{(V_1 - V_2) \times 10^{-3} \times M \times 58.48}{W \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: B——氯化钠的含量, %;

V_1 ——空白用去硫氰酸铵的体积, mL;

V_2 ——试样用去硫氰酸铵的体积, mL;

M ——硫氰酸铵标准溶液浓度, mol/L;

58.48——每摩尔氯化钠之克数;

W ——试样质量, g。

3.7.5 允许误差

二次平行测定结果之差不大于 0.10%。

4 试验报告

- a. 注明是否按照本标准试验;
- b. 试样编号、名称、牌号、试验项目;
- c. 试验人员、日期。

QB/T 2158—1995

附 录 A

(补充件)

各类皮革加脂剂测试项目

项 目		阴离子 型合成 加脂剂	天然油脂加工产品		
			软皮白油	丰满鱼油	亚硫酸化类
色 度		✓			
水 分		✓	✓	✓	✓
pH 值		✓	✓	✓	✓
乳化稳 定性	1:9 稀释	✓	✓	✓	✓
	1:4 稀释	✓			
	1:2 稀释		✓	✓	✓
	对 10% 栲胶				✓
	对 10% 铬盐				✓
	对 1 mol/L 盐酸				✓
	对 1 mol/L 氢氧化铵				✓
乳化能力			✓		
密 度		✓			
氯 离 子		✓			

附加说明:

本标准由中国轻工总会质量标准部提出。

本标准由全国毛皮制革标准化中心归口。

本标准由上海市皮革工业研究所、中国皮革工业研究所、上海皮革化工厂负责起草。

本标准主要起草人平铭、丁立芳、赵立国、吴造平。

自本标准实施之日起,原轻工业部发布的专业标准 ZB G17 017—1988《制革用加脂剂测试方法》废止。