

前 言

本标准是对 ZB G17 016—1988《合成鞣剂测试方法》的修定版,根据国家有关标准编写规定,取消了原标准中“取样”一章,并对原标准中不适合技术和经济发展的内容进行了修改。

本标准从生效之日起,同时代替 ZB G17 016—1988。

本标准的附录 A 是提示的附录。

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。

本标准起草单位:中国皮革工业研究所。

本标准主要起草人:杨建军。

合成鞣剂测试方法

1 范围

本标准规定了合成鞣剂测试方法。

本标准适用于苯酚、萘、萘酚等芳香族化合物为原料,经磺化、成砒、缩合反应等工序所合成的各种型号的合成鞣剂。合成鞣剂主要用于轻革、重革的漂洗、复鞣及填充。

2 测试通则

2.1 进行测试时,3号合成鞣剂须加温至30~40℃,将样品充分混匀后,取试样。

2.2 各测试项目应同时取两份试样,做平行试验。

2.3 平行试验结果,在误差范围内时,取其算术平均值做为测试结果,如超过误差范围,则应另取试样重新测试。

3 测试方法

3.1 外观

用眼睛观察样品的颜色和物理状态,有无凝固物及过度缩合的块状不溶物。

3.2 固形物含量的测定

3.2.1 仪器

- a) 电热恒温干燥箱:0~200℃;
- b) 分析天平:感量为0.0001g;
- c) 电热恒温四孔水浴锅:温度范围37~100℃;
- d) 干燥器;
- e) 称量瓶:50 mL,直径6.5 cm,高3 cm;
- f) 玻璃吸管:直径0.5 cm;
- g) 容量瓶:1 000 mL;
- h) 移液管:50 mL。

3.2.2 步骤

用玻璃棒把待测样品搅匀后用玻璃吸管吸取样品,精确称取一定量的试样,用蒸馏水溶于1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,使之约含4 g鞣质,摇匀备用。

用移液管吸取上述分析液50 mL于已经恒重的称量瓶中,在水浴锅上蒸发至干,移入100~105℃烘箱内干燥30 min,取出冷却30 min后称重,复烘15 min,冷却称重直至恒重。

1号、6号、28号合成鞣剂用直接称样法,称取试样约1 g(精确到0.001 g)于已恒重的称量瓶中,加入20 mL蒸馏水使样品溶解均匀,在水浴锅上蒸发至干,移入100~105℃烘箱内干燥30 min,取出冷却30 min后称重,复烘15 min后冷却,称重直至恒重。

3.2.3 计算

$$S_1 = \frac{G \times 20}{W} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$S_2 = \frac{G}{W} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： S_1 ——3号合成鞣剂固形物含量，%；
 S_2 ——1号、6号、28号合成鞣剂固形物含量，%；
 G ——干燥后的残渣质量，g；
 W ——试样的质量，g。

3.2.4 误差

两次平行测定结果，误差不大于0.5%时，取其算术平均值。

3.3 水溶物含量的测定

3.3.1 仪器

- 玻璃漏斗：直径11.5 cm；
- 定性滤纸：直径18 cm；
- 锥形瓶：150 mL；
- 量筒：100 mL；
- 其余仪器同3.2.1。

3.3.2 步骤

用量筒量取100 mL 3.2.2条中配制的分析液，反复过滤，直至滤液清亮为止（一般2~3次即可）。吸取50 mL 滤液于已恒重的称量瓶中，在水浴锅上蒸发至干，移入100~105℃烘箱内干燥30 min，取出冷却30 min后称重，复烘15 min后冷却，称重直至恒重。

注：过滤时漏斗上面覆盖表面皿，并通过打孔的橡胶塞固定于三角瓶上，使滤液直接滤入瓶中。

3.3.3 计算

$$S_3 = \frac{G \times 20}{W} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： S_3 ——水溶物含量，%；
 G ——干燥后的残渣质量，g；
 W ——试样的质量，g。

3.3.4 误差

同3.2.4。

3.4 鞣质含量的测定

3.4.1 仪器

- 国际型电动振荡器：100 r/min；
- 架盘药物天平：感量0.5 g；
- 滤布：夏麻布、真丝绸布或尼龙绸布，23cm×23cm；
- 移液管：100mL、50mL 各一支；
- 锥形瓶：250mL；
- 其余仪器同3.2.1。

3.4.2 试剂

- 盐酸溶液：0.1mol/L；
- 无水碳酸钠：分析纯；
- 铬皮粉：氧化铬含量为0.3%~0.5%。

3.4.3 步骤

用100mL 移液管吸取3.2.2中配制的分析液100mL于250mL锥形瓶中。3号、6号合成鞣剂用无

水碳酸钠,28号合成鞣剂用0.1mol/L盐酸溶液分别调至pH值为 3.5 ± 0.1 。称取相当绝干铬皮粉6.25g的气干铬皮粉于已调好pH值的分析液中,摇匀,在振荡机上振荡30min后取下,将皮粉和试液自瓶中直接倒在洁净的干燥滤布、滤纸上,拧干,使滤液经滤布、滤纸反复,直至滤液清亮为止。用移液管吸取50mL滤液于恒重的称量瓶中,在水浴锅上蒸干,移入 $100 \sim 105^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥30min,取出冷却30min后称重,复烘15min后冷却,称重直至恒重。

3.4.4 计算

3.4.4.1 气干铬皮粉应称质量的计算

$$X_0 = \frac{6.25}{1-a} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: X_0 ——气干铬皮粉质量,g;
 a ——气干铬皮粉含水量,%。

3.4.4.2 3号、6号合成鞣剂非鞣质含量的计算

$$X_1 = \frac{(2G - W_1 \times 43.4\%) \times 10}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: X_1 ——非鞣质含量,%;
 G ——干燥后残渣的质量,g;
 W_1 ——无水碳酸钠的质量,g;
 W ——试样的质量,g;
43.4%——钠离子在无水碳酸钠中所占的质量百分比。

3.4.4.3 28号合成鞣剂非鞣质含量的计算

$$X_2 = \frac{G \times \frac{100+V}{5} - c \times V \times 0.361}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: X_2 ——非鞣质含量,%;
 G ——干燥后残渣的质量,g;
 V ——消耗盐酸溶液的体积,mL;
 c ——盐酸溶液的浓度,mol/L;
 W ——试样的质量,g。

3.4.4.4 误差

非鞣质含量的平行误差不大于0.5%。

3.4.4.5 合成鞣剂鞣质含量的计算

$$X = A - B \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中: X ——鞣质含量,%;
 A ——水溶物含量,%;
 B ——非鞣质含量,%。

3.5 酸值的测定

3.5.1 定义

酸值:中和1g有机物质中的酸性成分所需氢氧化钾的毫克数,是表示有机物质酸度的一项指标。

3.5.2 仪器

- a) 碱式滴定管:50mL;
- b) 锥形瓶:250mL;
- c) 移液管:20mL。

3.5.3 试剂

- a) 氢氧化钾:0.1mol/L标准溶液;

- b) 1%酚酞指示剂 60%乙醇溶液;
- c) 0.1%苯酚红指示剂 20%乙醇溶液;
- d) 0.1%甲基红指示剂 20%乙醇溶液。

3.5.4 步骤

用移液管吸取 3.2.2 条中配制的分析液 20mL 于锥形瓶中,加入 100mL 蒸馏水摇匀,1 号合成鞣剂加入酚酞指示剂 2~3 滴,用 0.1mol/L 氢氧化钾标准溶液滴定至溶液呈微红色为终点。3 号合成鞣剂加入苯酚红指示剂 2~3 滴,用 0.1mol/L 氢氧化钾标准溶液滴定至溶液呈玫瑰红为终点。6 号合成鞣剂加入甲基红指示剂 2~3 滴,用 0.1mol/L 氢氧化钾标准溶液滴定至溶液呈黄色为终点。

3.5.5 计算

$$K = \frac{c \times V \times 56.1 \times 50}{W} \dots\dots\dots (8)$$

- 式中: K ——酸值,mgKOH/g;
 c ——氢氧化钾标准溶液的浓度,mol/L;
 V ——消耗氢氧化钾标准溶液的体积,mL;
 W ——试样质量,g;
 56.1——氢氧化钾的摩尔质量;
 50——化简系数。

3.5.6 误差

两份平行试验酸值的相对误差不大于 1%。

3.6 铁含量的测定

3.6.1 原理

二氮杂菲与二价铁离子在 pH2~9 的溶液中,生成稳定的橙红色螯合物。利用这一特性,可绘制出不同二价铁离子浓度对吸收光的标准曲线,借以测定样品的铁含量。采用比色法,先将待测样品中的三价铁离子用盐酸羟胺还原为二价铁离子,与标准比色管进行比色测定铁含量。

3.6.2 仪器

- a) 比色管:50mL;
- b) 比色架(12 孔):长 50cm;
- c) 锥形瓶:150mL;
- d) 电炉:可调温;
- e) 玻璃珠:直径 0.5cm。

3.6.3 试剂

- a) 盐酸:1:1;
- b) 盐酸羟胺溶液:10%;
称取盐酸羟胺 10g,溶于蒸馏水并稀释至 100mL;
- c) 乙酸铵缓冲液
称取乙酸铵 250g,溶于 150mL 蒸馏水,加入 700mL 冰乙酸,混匀;
- d) 二氮杂菲溶液
称取 1,10-二氮杂菲 100mg,溶于 100mL 蒸馏水中,加 2 滴盐酸。此溶液 1mL 可作用于 100μg 铁;
- e) 铁标准溶液

称取硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 0.7020g 于 1000mL 容量瓶中,溶于 70mL 稀硫酸 (20:50) 中,滴加 0.02mol/L 高锰酸钾溶液至粉红色不变,再加蒸馏水至刻度,摇匀。此溶液 1.00mL 含铁 0.1mg。

3.6.4 步骤

吸取 3.2.2 条配制的分析液 50mL 于 150mL 三角瓶中,另外取 150mL 三角瓶 8 个,分别加入铁标准溶液 0.00,0.25,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL,各加蒸馏水至 50mL。向待测试样瓶及标准瓶列中各加 1:1 盐酸溶液 4mL 和盐酸羟胺溶液 1mL,并放入几粒玻璃珠,文火煮沸至约剩 30mL,冷却至室温后移入 50mL 比色管中,分别加入 10mL 乙酸铵缓冲液、二氮杂菲溶液,再用蒸馏水补足至 50mL,充分混匀,放置 10~15min 比色,观察待测试样的颜色与系列铁标准溶液中哪个颜色一致,计算结果时,用此铁标准溶液体积进行计算。

3.6.5 计算

$$X_3 = \frac{0.2857 \times V}{1000 \times W} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中: X_3 ——三氧化二铁的含量,%;
 V ——铁标准溶液的体积,mL;
 W ——试样的质量,g。

3.7 浓度的测定

3.7.1 仪器

- a) 电热恒温干燥箱:0~200℃;
- b) 架盘药物天平:感量 0.5g;
- c) 量筒:200mL;
- d) 波美比重计:0~70°Be'。

3.7.2 步骤

称取一定质量的试样,加入等量的水,搅拌均匀后倾入量筒,保持 25℃ 恒定时(一般需要一昼夜),用波美比重计测定。

3.8 pH 值的测定

3.8.1 仪器

- a) pH 计;
- b) 架盘药物天平;
- c) 玻璃棒:直径 0.5cm;
- d) 烧杯:50mL。

3.8.2 步骤

称取一定量的样品,用 10 倍蒸馏水稀释混匀后直接于 pH 计测定。

3.8.3 误差

两次平行试验误差不大于 0.1。

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、生产厂;
- c) 试验结果;
- d) 试验人员及日期。

附 录 A
合成鞣剂测试项目
(提示的附录)

项 目 名 称	合 成 鞣 剂			
	1 号	3 号	6 号	28 号
外 观	✓	✓	✓	✓
浓 度	✓	✓	✓	✓
固 形 物, %	✓	✓	✓	✓
水 溶 物, %	✓	✓	✓	✓
鞣 质	—	✓	✓	✓
酸 值	✓	✓	✓	—
铁 含 量 [三 氧 化 二 铁 (F ₂ O ₃)], %	✓	—	—	—
pH 值	✓	✓	✓	✓