

ICS 59.140.10

CCS Y45

团 体 标 准

T/CLIAS 010—2023

制革用中和剂测试方法

Test method of neutralizing agent for leather-making

2023-08-02 发布

2023-09-01 实施

中国皮革协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国皮革协会（CLIA）提出。

本文件由中国皮革协会归口。

本文件起草单位：浙江盛汇化工有限公司、山东黎宁科技新材料有限公司、四川德赛尔新材料科技有限公司、徐州鸿丰高分子材料有限公司、成都市彭州铭众化工有限公司、史密特（南京）皮革化学品有限公司、兴业皮革科技股份有限公司、安徽银河皮革有限公司、淄博大桓九宝恩皮革集团有限公司、四川亭江新材料股份有限公司、四川大学、广东省佛山市韩一皮革科技有限公司、浙江方圆检测集团股份有限公司、广州检验检测认证集团有限公司。

本文件主要起草人：姜德云、陈煜坤、康俊涛、龙忠珍、周林、范观水、冉崇元、袁清禄、姜勤勤、张继国、李庆德、周华龙、阮凯、姜培育、夏东琴、李兆枫。

本文件为首次发布。

制革用中和剂测试方法

1 范围

本文件规定了制革用中和剂的术语和定义、测试方法。
本文件适用于制革用中和剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6368 表面活性剂 水溶液pH值的测定 电位法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定
- QB/T 2412 皮革用化学品技术通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

中和剂 neutralizing agent

由弱酸性、中性、碱性的有机酸盐、无机酸盐、树脂及其它碱性材料等为主要原料，经复合而成的具有制革中和作用的化学品。

3.2

中和能力 neutralizing ability

将中和剂配制成规定质量百分浓度的溶液，滴定邻苯二甲酸氢钾溶液，使被滴定液的pH至6.0，所消耗的中和剂的量，即中和能力。

4 试剂和材料

4.1 邻苯二甲酸氢钾，分析纯。

5 仪器和装置

- 5.1 分析天平，精度为 0.0001 g。
- 5.2 酸度计，精度为 0.01。
- 5.3 磁力搅拌器，搅拌速率 1000 r/min。
- 5.4 容量瓶，250 mL、1000 mL。
- 5.5 烧杯，100 mL。

6 测试方法

6.1 一般规定

6.1.1 本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

6.1.2 测定环境的温度为(24±2)℃。

6.1.3 取样及测试通则应符合QB/T 2412的规定。

6.1.4 测试试样干燥、冷却、称重,重复干燥、冷却、称重,两次称量值的质量差不大于0.0003 g时,视为恒重。

6.1.5 除外观项目外,每个测试项目平行测定两次。

6.2 外观

自然光条件下用目视的方法进行观察。

——液体产品:均质液体,无可见悬浮物、无沉淀;

——固体产品:均匀粉末或颗粒。

6.3 pH的测定

按GB/T 6368进行检验,其中试验条件:(25±1)℃,称样量(10.0±0.1)g,用100 mL的容量瓶定容,配制成质量浓度10%的溶液,然后测定溶液的pH。

6.4 固含量的测定

6.4.1 测试步骤

按GB/T 6284进行检验,其中称样量:(2.5±0.5)g,烘干温度:(105±2)℃。首次烘干时间4 h,然后将称量瓶置于干燥器内,冷却30 min,称重;重复复烘(1 h)、冷却和称重,直至恒重。

6.4.2 计算

固含量按公式(1)进行计算:

$$W = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

W — 测试样品的固含量,以百分数(%)表示;

m_0 — 试样的质量,单位为克(g);

m_1 — 称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 — 恒重后称量瓶和试样的质量,单位为克(g)。

6.5 灰分的测定

按GB/T 7531进行检验,其中新坩埚或者未使用过坩埚的预处理条件:(600±25)℃下灼烧4 h,称样量:(2.0±0.5)g。试样在(500±25)℃下预灼烧2 h,再升温至(700±25)℃,继续灼烧4 h。

6.6 水溶物含量与水不溶物含量的测定

按照附录A进行检验。

6.7 中和能力的测定

6.7.1 中和剂溶液

称取12.5 g待测中和剂,精确到0.0001 g,用蒸馏水溶于250 mL容量瓶中,定容至刻度,使溶质的质量百分含量为5%,摇匀备用。

6.7.2 邻苯二甲酸氢钾溶液

称取2.5528 g邻苯二甲酸氢钾(4.1),精确到0.0001 g,用蒸馏水溶于1000 mL容量瓶中,定容至刻度,摇匀备用。

6.7.3 测试步骤

移取30 mL邻苯二甲酸氢钾溶液(6.7.2)于烧杯(5.5)中,置于磁力搅拌器(5.3)上进行搅拌。用中和剂溶液(6.7.1)匀速地滴定,pH至6.0±0.01时,且恒定30 s,即为终点,记录消耗的中和剂溶液的体积,以及滴定时间。

6.7.4 结果的表示

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的相对差值不大于0.5%。

6.7.5 结果判定

以得到的待测中和剂溶液的消耗体积值进行判断，消耗的体积值越小中和能力越好，反之中和能力越小。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本文件的编号；
- b) 试样名称、编号、牌号、生产厂家、检测项目；
- c) 检测结果；
- d) 检测人员及日期；
- e) 实际操作与本文件的不同之处。

附录 A
(规范性附录)

水溶物含量与水不溶物含量的测定

A.1 术语和定义

A.1.1

水溶物 water-soluble matter

在本方法规定的条件下，中和剂溶解于水中的物质。

A.1.2

水不溶物 water-insoluble matter

在本方法规定的条件下，中和剂中不能溶解于水的物质。

A.2 仪器设备

A.2.1 电热恒温鼓风干燥箱，0 °C~200 °C。

A.2.2 分析天平，精度为0.0001 g。

A.2.3 恒温水浴振荡器，(40±1) °C，振荡频率为100 次/min。

A.2.4 电热恒温多孔水浴锅，温度范围：室温~100°C。

A.2.5 玻璃漏斗，直径11.5 cm。

A.2.6 中速定量滤纸，直径18 cm。

A.2.7 干燥器，内置多孔瓷板，内装有效硅胶干燥剂。

A.3 测试步骤

A.3.1 将滤纸(A.2.6)、蒸发皿放进干燥箱(A.2.1)内，在(105±2) °C下烘2 h，取出放进干燥器内，冷却30 min，称重；重复复烘(1 h)、冷却和称重，直至恒重。

A.3.2 称取(2.5±0.5) g试样，精确至0.0001 g，置于具塞锥形瓶中，加入50 mL蒸馏水，放入振荡器(A.2.3)中振荡2 h。

将已恒重过的滤纸(A.2.6)置于玻璃漏斗(A.2.5)内，用200 mL烧杯接收滤液，对振荡后的试样溶液进行过滤；残渣分别用滤液和50 mL蒸馏水清洗3次，然后合并滤液。待过滤结束，将烧杯中的滤液转移至250 mL容量瓶中。用蒸馏水多次洗涤玻璃漏斗、烧杯，将所有的清洗液均倒入250 mL容量瓶，定容至刻度线，摇匀备用。

用移液管移取50 mL上述滤液至已恒重的蒸发皿中，先放在水浴锅(A.2.4)上蒸发至干，再和滤纸一起移入干燥箱(A.2.1)内，在(105±2) °C下烘4 h，取出放入干燥器(A.2.7)内，冷却30 min，称重；重复复烘(1 h)、冷却和称重，直至恒重。

A.4 计算

A.4.1 水溶物含量的计算

水溶物含量按公式(A.1)进行计算。

$$W_1 = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 5 \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

W_1 — 试样中的水溶物含量，以百分数（%）表示；

m_0 — 蒸发皿的质量，单位为克（g）；

m_1 — 试样的质量，单位为克（g）；

m_2 — 蒸发皿和50 mL过滤液测定的水溶物干燥后的质量，单位为克（g）；

5 — 换算因子，为滤液总体积与实际测试体积的比值（250 mL/50 mL）。

A. 4.2 水不溶物含量的计算

水不溶物含量按公式（A. 2）进行计算。

$$W_2 = \frac{m_4 - m_3}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

W_2 — 试样中的水不溶物含量，以百分数（%）表示；

m_1 — 试样的质量，单位为克（g）；

m_3 — 滤纸的质量，单位为克（g）；

m_4 — 滤纸和过滤出的水不溶物干燥后的质量，单位为克（g）。

A. 5 结果的表示

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的相对差值不大于0.5%。