

ICS 59.140.10

CCS Y45

团 体 标 准

T/CLIAS 011—2023

制革用脱灰剂测试方法

Test method of deliming 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。

本标准起草单位：安徽银河皮革有限公司、四川亭江新材料股份有限公司、四川德赛尔新材料科技有限公司、兴业皮革科技股份有限公司、四川大学、淄博大桓九宝恩皮革集团有限公司、浙江盛汇化工有限公司、山东黎宁科技新材料有限公司、广东省佛山市韩一皮革科技有限公司、徐州鸿丰高分子材料有限公司、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。

本标准主要起草人：姜勤勤、李庆德、康俊涛、蔡宗泽、柯荣妙、周华龙、张继国、姜德云、陈煜坤、阮凯、陈治军、姜培育、裴超、陈丽斯。

本文件为首次发布。

制革用脱灰剂测试方法

1 范围

本文件规定了制革工业生产使用的含铵（胺）和无铵脱灰剂的术语和定义、测试方法。
本文件适用于制革生产用的粉状、颗粒及液体工业无铵与含铵脱灰剂。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- 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 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- 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

脱灰剂 deliming agent

由有机物、无机物为主要成分组成，产品呈酸性的化学品，用于制革生产的脱灰工序。无铵脱灰剂组分中不含有“氮（N）”元素。

3.2

脱灰值 deliming value

用规定质量百分浓度的脱灰剂溶液，中和规定质量百分浓度的氢氧化钙溶液，将pH从12.0滴至8.5，记下所消耗的脱灰剂溶液的量，换算成中和1 g氢氧化钙溶液所消耗的脱灰剂的体积（mL），即脱灰值。

3.3

缓冲能力 buffering capacity

用0.5 mol/L的氢氧化钠溶液，滴定2.5 g脱灰剂配制的溶液30 mL，将脱灰剂溶液的pH滴至12.0，记下所消耗的氢氧化钠溶液的量，即缓冲能力。

4 仪器和装置

- 4.1 分析天平，精度为0.0001 g。
- 4.2 酸度计，精度为0.01。
- 4.3 四氟活塞酸碱两用滴定管，50 mL。
- 4.4 移液枪，30 mL。
- 4.5 磁力搅拌器，搅拌速率1000 r/min。

- 4.6 秒表。
- 4.7 烧杯，100 mL。

5 测试方法

5.1 一般规定

- 5.1.1 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。
- 5.1.2 测定环境的温度为 (24±2) °C。
- 5.1.3 取样及测试通则应符合 QB/T 2412 的规定。
- 5.1.4 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。
- 5.1.5 除外观项目外，每个测试项目平行测定两次。

5.2 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，无结饼或块状物。

5.3 pH 的测定

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

5.4 固含量的测定

5.4.1 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) °C。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。

对于液体产品无法直接测试固含量的，直接用缓冲能力与脱灰值进行对比、判断。

5.4.2 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 — 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)。

5.5 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) °C 下灼烧 4 h，称样量：(2.0±0.5) g。试样在 (500±25) °C 下预灼烧 2 h，再升温至 (700±25) °C，继续灼烧 4 h。

5.6 水溶物含量与水不溶物含量的测定

按照附录 A 进行检验。

5.7 缓冲能力的测定

5.7.1 脱灰剂溶液

称取 2.5 g 待测脱灰剂，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 1%，摇匀备用。

5.7.2 氢氧化钠溶液

按照 GB/T 601 的规定进行配制，浓度 0.5 mol/L。

5.7.3 测试步骤

用移液枪(4.4)移取30 mL脱灰剂溶液(5.7.1)于烧杯(4.7)中,置于磁力搅拌器(4.5)上进行搅拌。用氢氧化钠溶液(5.7.2)匀速地滴定脱灰剂溶液,pH至 12.0 ± 0.1 时,且恒定30 s,即为终点,记录消耗的氢氧化钠溶液的体积数(mL)。

5.7.4 计算

实际消耗的氢氧化钠的质量按公式(2)进行计算,即缓冲能力:

$$M = \frac{c \times V \times 40}{1000} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

M — 滴定30 mL脱灰剂溶液消耗的氢氧化钠的质量,单位为克(g);

c — 氢氧化钠溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每千毫升(mol/1000mL);

V — 消耗的氢氧化钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

40 — 氢氧化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

1000 — 每升与毫升的换算比。

5.7.5 结果判定

在同等条件下(含量、温度、湿度、时间),氢氧化钠标准溶液滴定脱灰剂溶液的消耗量越大,则脱灰剂的缓冲能力越好。

5.8 脱灰值的测定

5.8.1 脱灰剂溶液

称取1.0 g待测脱灰剂,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0.4%,摇匀备用。

5.8.2 氢氧化钙溶液配制

称取适量的氧化钙,在 800°C 的高温下灼烧2h,取出冷却,放入 105°C 的烘箱内干燥,冷却,称重,直至恒重。

称取已恒重的氧化钙0.3145 g,精确到0.0001 g,用蒸馏水溶于1000 mL容量瓶中,定容至刻度,即溶液中氢氧化钙的质量百分含量为0.04%,摇匀备用。

5.8.3 测试步骤

用移液枪(4.4)移取30 mL 氢氧化钙溶液(5.8.2)于烧杯(4.7)中,置于磁力搅拌器(4.5)上进行搅拌。用脱灰剂溶液(5.8.1)匀速地滴定氢氧化钙溶液,滴至 $\text{pH}=8.50 \pm 0.01$,且恒定30 s,即为终点,记录消耗的脱灰剂溶液的体积数(mL),并记录滴定至终点所耗用的总时间(t)。

5.8.4 计算

每消耗1 g 氢氧化钙需要的脱灰剂的体积数(mL),记为脱灰值,按公式(3)进行计算。

$$D = \frac{m_1 \times V}{m_2 \times 30} \dots \dots \dots (3)$$

式中:

D — 脱灰值,无量纲;

m — 脱灰剂的质量,单位为克(g);

m_2 — 氢氧化钙的质量,单位为克(g);

V — 消耗的脱灰剂体积量,单位为毫升(mL);

30 — 移取的氢氧化钙毫升数,单位为毫升(mL)。

5.8.5 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0.1。

5.8.6 结果判定

在同等条件下（产品的质量、滴定的温度、速度、时间），脱灰值D越小，则脱灰能力越好。当脱灰剂消耗量相同，达到相同的pH时，消耗的总时间越短，则脱灰能力越好。

6 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

水溶物含量 water-soluble matter

一定温度下,用一定液比的水保持溶解试样一定时间,能溶于水的部分的质量占总质量的百分比为水溶物含量。

A.1.2

水不溶物含量 water-insoluble matter

一定温度下,用一定液比的水保持溶解试样一定时间,不能溶于水的部分的质量占总质量的百分比为水不溶物含量。

A.2 仪器设备

A.2.1 电热恒温鼓风干燥箱,0℃~200℃。

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)℃,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℃。

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)℃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)℃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%。