

皮革与鞣剂生产的 化学分析檢驗

上 冊

苏联中央皮革皮鞋工業科学研究所編

輕工業出版社

皮革与鞣剂生产的 化学分析檢驗

上 冊

苏联中央皮革皮鞋工业科学研究所編

陈 仲 堯譯

沈菊人 呂緒庸 戴新华校訂

輕工業出版社

1958年•北京

序 言

采用一种有效的檢驗制度,以預防不合格的原材料投入生产,防止違反規定的工艺規程并防止成品不合国家标准的要求,是保証工業产品质量优良的重要方法之一。这本全苏統一檢驗方法彙編“皮革和鞣剂生产的化学分析檢驗”的任务,就是要在現代分析技术的水平上,把原料皮、鞣質、化学材料、皮革半成品、操作液体、成品革及副产品的化学分析檢驗統一起来。

从1939年开始,在中央皮革皮鞋工業科学研究所里,就审查和拟定了不少方法,主要用于革的化学分析(国定全苏标准938—45)及皮革与鞣剂生产分析檢驗的快速測定。

所有重新拟定的方法,不論已列入或未列入国定全苏标准(ГОСТ)、全苏标准(ОСТ)和技术件条(ТУ),都載入这本全苏統一檢驗方法彙編中。此外,本書还包括烏克蘭皮革皮鞋工業科学研究所、中央鞣剂工業研究分析實驗室、俄罗斯共和国日用品工業部中央皮革工業科学實驗室、以及各皮革和鞣剂企業實驗室的工作人員所提出的一些檢驗方法。

参加資料編制工作的(依字母次序排列)有:Г. А. 阿尔布佐夫, Н. П. 阿格也夫, В. Г. 巴巴金娜, М. П. 別洛采尔柯斯基, М. М. 波雅尔斯基, Н. Б. 布洛傑茨基, Л. И. 布尔米斯特洛娃, В. Л. 沃依采霍夫斯基, В. А. 沃尔柯夫, Т. Р. 沃尔别尔特, С. А. 加姆斯, П. А. 格拉蓋洛夫, Э. И. 古烈維奇, А. Д. 德沃尔斯基, В. А. 佐托夫, Р. Л. 卡济米洛娃, Э. М. 基里留克, Е. В. 庫德良舍娃, Г. И. 庫加宁, Р. М. 列維特, М. С. 留克塞姆布尔格, И. Г. 馬斯洛夫, Р. А. 麦特里茨卡娅, А. Н. 米哈依洛夫, Е. С. 奧維奇基斯, М. Ш. 奧伏魯茨基, Л. П. 巴甫洛夫, С. Н. 潘可夫, Ф. И. 拉賓諾維奇, В. Н. 魯

巴兴、Ф. А. 沙彼金、В. Т. 塞多夫、Б. Б. 塞尼洛夫、М. Е. 塞
尔盖也夫、А. М. 斯巴夫林柯娃、А. Е. 費傑尔、И. М. 費多
洛娃、Н. Б. 菲力波娃、И. Г. 弗蘭切斯基、А. А. 弗里德曼、
И. М. 霍契姆斯基、Н. С. 赫倫尼可夫、Н. А. 希布科、Р. С.
希弗曼、В. Т. 舒托維奇、Н. А. 舒赫尼娜。

本彙編包括皮革和鞣剂生产所用絕大多數材料的分析方法，它們是与現行國定全蘇標準、全蘇標準及技術條件相符合的，而且还包括一些沒有列入國定全蘇標準的測定，這些測定與國家標準測定方法相比具有某些優點（使分析加速、用來進一步鑑定材料等等）。此外，還有許多沒有列入蘇聯國家標準的方法，目的是為了按這些方法積累數據資料，以便今後能把它們列入國定全蘇標準作為必要的方法。

這本全蘇統一檢驗方法彙編不包括材料和生產中的溶液規格標準，也不包括已列入國定全蘇標準的每種材料的取樣規則；但是書中闡述了固體、散粒及液體物料取樣的一般規則，使試樣能正確地代表一般物料的性質，以供工廠檢驗。但預先說明，作仲裁試驗時要使用相應的國定全蘇標準、全蘇標準和技術條件的資料（取樣規則及規格標準）。

本彙編中所列的參考表取材於前版的全蘇統一檢驗方法彙編、Ю. Ю. 魯利耶的“化學工作者計算手冊”（國立化學出版社，1947年）*、“化學工作者手冊”（國立化學出版社，1951～1952年）以及Ю. Б. 卡良庚的“酸鹼指示劑”（國立化學出版社，1951年）。表中很多資料都是按照皮革實驗室的需要經過修改和補充的，並註明其本國和外國的出處。

本彙編反映了生產檢驗技術的現代水平。今後皮革生產檢驗的發展方向，應該是擬定和尽可能地採用物理-化學的和物理-機械的實際方法來測定原料皮、裸皮和半成品的性質，並且使皮革和鞣剂生產的檢驗加快地自動化。

* 本書已由王正華、席時佳譯出，由化學工業出版社於1957年出版。——譯者

本彙編分兩册出版。

上冊包括實驗室技術的一般問題、pH 的測量及皮革生產主要物料(水、燃料、原料皮和鞣劑)的分析。

下冊包括鹽、酸、鹼和皮革整理用的材料分析,革的化學分析及皮革生產副產品的分析。

本彙編上冊的執筆者是科學技術碩士 B. П. 沃依采霍夫斯基(第一篇和第二篇的第一至第四章)和科學技術碩士 H. A. 舒赫尼娜(第二篇的第五章)。

全蘇統一檢驗方法彙編“皮革與鞣劑生產的化學分析檢驗”在出版準備過程中曾經過許多皮革與鞣劑工業工作者的審閱,并經蘇聯日用品工業部技術管理局同意出版。

目 录

第一篇 分析工作的一般方法

第一章 称重	8
一、称重的规则	10
二、天平室的设备和天平的安裝	14
第二章 仪器、器具和器皿	15
一、溫度計	15
二、比重計	17
三、电热器	20
四、实验室的器皿和器具	25
第三章 容量分析的一般規則	34
一、测量器皿的使用規則	35
二、测量器皿(帶刻度器皿)的校准	36
三、测量各种液体的体积时,溫度变化对测量准确性的影响	45
四、塞子的使用	17
五、分析前器皿的准备	48
第四章 試剂溶液的配制	50
一、配制近似濃度的水溶液	51
二、配制准确的当量溶液	54
三、配制不同当量濃度的标准溶液	56
第五章 用电位法測定 pH	65
一、概述	65
二、用鉛氢电极、氧醌电极、鋅电极和玻璃电极測定 pH	69
三、測量 pH 的仪器	84
第六章 指示剂	101
一、容量分析滴定用的指示剂	101
二、供比色測定 pH 用的指示剂	108

三、用比色(指示剂)法測定操作液体、裸皮及皮革 半成品的 pH	110
第七章 緩冲混合物及其溶液	114
一、概述	114
二、緩冲溶液的配制	116
第八章 分析計算的基本規則	122
第九章 實驗室工作的一般規則	124
第十章 實驗室內的医务救护	125

第二篇 水、固体燃料、原料皮和鞣質的分析

第一章 物料平均試样的采取	127
一、采取平均試样的一般規則	127
二、液体物料和固体物料的取样	129
第二章 水的分析	131
一、总硬度的測定	132
二、碳酸鹽硬度和非碳酸鹽硬度的測定	136
三、鈣含量的測定	136
四、鎂含量的測定	138
五、用高錳酸鉀測定水的耗氧量	144
六、鉄含量的測定	147
七、氯化物含量的測定	148
八、悬浮物、干燥殘渣和矿物質总量的測定	149
九、水淨化时的主要化学反应。軟化所需葯剂的計算	149
十、总碱度、重碳酸鹽碱度、碳酸鹽碱度和氨氧化物碱度的 測定	151
第三章 固体燃料(褐煤和煤,無煙煤和泥煤)的分析	157
一、實驗室燃料試样中总水分的測定	157
二、灰分的測定	160
三、硫含量的測定	161
四、使用时的燃料的最低燃燒热的測定	163
第四章 原料皮的檢驗	163

一、重量(淨重)、夾雜物、鹽縮量、皮厚度、綿羊皮和山羊皮 面積的檢查及綿羊毛長度的測量	163
二、用分析法測定鹽縮量	166
三、水分的測定	168
四、干皮質和毛的測定	169
五、洗滌水中干燥殘渣和食鹽含量的測定	171
六、原料皮的組織-細菌的顯微鏡檢驗	172
第五章 鞣劑的分析	183
一、鞣劑分析用的物料和試劑	183
二、植物鞣劑的分析	185
三、合成鞣劑的分析	204
亞硫酸紙漿廢液鞣劑	205
鞣劑 ПП	209
鞣劑 АН 和 НК	213
3 号鞣劑	214
鞣劑 ПС	217
鞣劑 СПС	217
四、固體鞣料的分析	217
五、鞣液的分析	225
不含鞣劑 ПП 的鞣液	225
含鞣劑 ПП 的混合鞣液	229
六、過濾法測定鞣劑中的鞣質含量	228
七、供廠內檢驗用的快速分析法	232
八、供科學研究用的鞣劑試驗方法	242
九、鞣料的定性分析	260
十、植物鞣劑生產中的取樣和溫度的檢查取樣	266
溫度的檢查	270
十一、合成鞣劑 АН、НК、ПП 和 СПС 生產的檢驗	270
附录	278

第一篇 分析工作的一般方法

第一章 称 重

称重是分析工作的基本操作。称重在高度灵敏的分析天平C-200和ADB-200(圖1与2)上进行,称量准确度达0.0001克;或者在工业用化学天平上称重,称量准确度达0.01克。

自动、不往复而制摆的分析天平——ADB-200(圖2)用于非常准确同时非常迅速的称重。

在这种天平中,重10~990毫克的小砝码制成小环的形状,挂在右上方与天平梁垂直的齿条上。小环的悬挂是借助于两个内外圆圈来进行的,外圈标尺上的数字表示十分之几克,内圈表示百分之几克,两个圈都在天平箱上部右前方。千分之几克和万分之几克则由照亮的光幕标尺来读数,此光幕位于天平下部称重者的眼

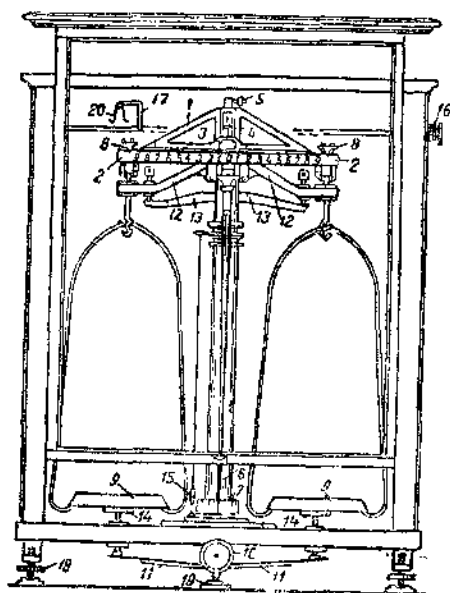


圖 1 分析天平C-200

- 1—天平梁; 2—放游碼的尺; 3—中間的三稜體;
- 4—移動電心用的重量; 5—移動零點用的重量;
- 6—指針; 7—讀取指針移動用的標尺; 8—套鉤;
- 9—天平盤; 10—托梁裝置的手柄; 11、12和13—托梁裝置的支臂; 14—盤托; 15—懸錘; 16—移動游碼的裝置;
- 17—游碼掛鉤; 18—天平足; 19—有凹孔的座墊; 20—游碼。

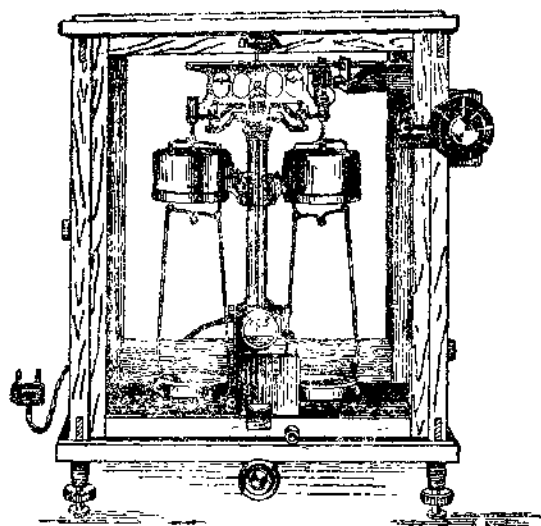


圖 2 制摆、自动分析天平ARB-200

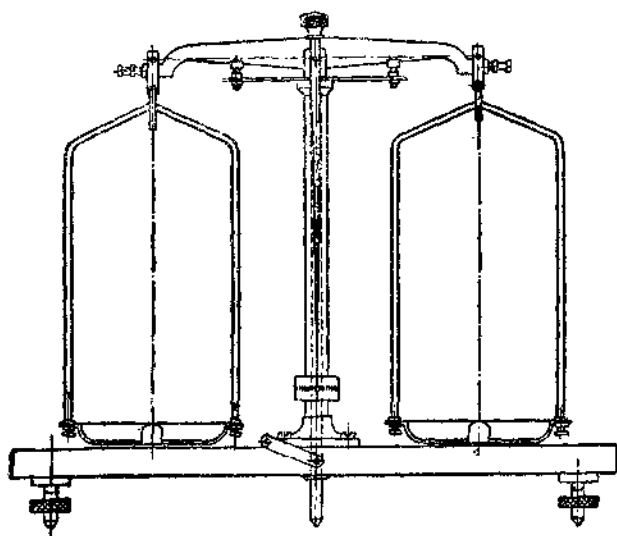


圖 3 工業-化学天平

前。光幕是專門的光學裝置，用于微標尺使用部分的投影（放大到 12 倍），微標尺裝在天平梁的指針上。當放下托梁裝置進行稱重時，就自動接通了照明光幕用的電燈。裝在天平支架上部的兩只空氣盒（穩定器），可使稱重系統在稱重過程中迅速停止擺動。

對於安裝正確的精密分析天平 C-200 和 AIB-200 的要求如下：

（1）穩定，即能夠自動恢復平衡；

（2）高度的感量（C-200 天平的感量不低於 0.4 毫克，AIB-200 天平不低於 0.1 毫克）；

（3）準確；應該注意，由於結構各部分的摩擦和梁的某些不等臂，天平是不可能絕對準確的；但是誤差不得超過容許誤差，容許誤差的大小按每種天平的規格決定；

（4）讀數不變；這就是說，在同一天平上稱同一荷重時，結果應相符。

一、稱重的規則

在往復的和不往復的分析天平（見圖 1 和圖 2）上稱重時，必須遵守下列規則。

1. 只有正對着天平坐好後才能稱重。

2. 根據懸錘或帶氣泡的水准器（如果天平上部裝着水准器）把天平調整至垂直位置；調整好的天平不要移動位置，否則應重新調整。

3. 游碼在使用（稱重）前後應掛在移動桿的鈎上，不要接觸天平上面的標尺（AIB-200 天平例外）。

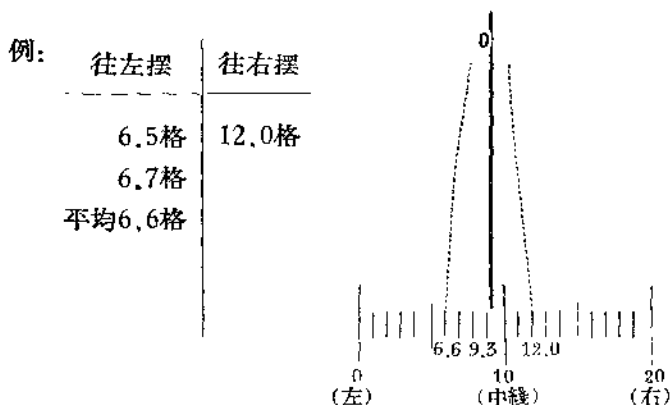
4. 開關天平箱側門要小心，移動應緩慢而安靜。

5. 在每次稱重前須測定未載重天平的零點（平衡的位置）。

未載重天平在梁停止擺動時，指針也停下來對着標尺的某一刻度，這個刻度就叫零點。

天平（C-200 及其同類天平）的零點用下述方法測定。將托

梁裝置緩慢而小心地放下后，天平的指針開始擺動。假如指針的擺動幅度太大，即指針的移動超出標尺的範圍時，則應等待指針回到中間的（從標尺開始處算起第 10 個）刻度時，使天平停止擺動。然後將托梁裝置重新放下，不計第一次偶然的擺動，而從第二次擺動開始讀數。指針的第一次擺動可能是向左或向右，因此讀數可從標尺的某一邊開始進行。進行三次讀數即可：由中綫（第 10 個刻度）的一邊讀兩次（取這兩個讀數的平均數），由中綫的另一邊讀一次。由這兩邊的得數取平均數，就是天平的零點。



零點 = $\frac{6.6 + 12}{2} = 9.3$ 格，在中綫（第十格）的左邊*。

為了更精確地讀取標尺的刻度（C 200 天平），可以利用一個放大鏡放在標尺的前面。

6. 當天平沒有被托住時，不准開開箱門，不可將砝碼及稱重物放到天平盤上或從盤上取下，也不允許移動游碼。

7. 當挑選砝碼時，沒有達到大約平衡之前，不要把托梁裝置完全放下到底；如果在開始將托梁裝置放下時，指針就極度地偏

* 原書為右邊，疑誤。本書標尺讀數系以整個標尺為 20 格，最左為零，中為 10，最右為 20。另外一種通用的標尺計數法系以中綫為 0，最左為 -10，最右為 +10，本書不採用此法，希讀者注意勿將刻度數字混淆。本頁圖是譯者加的。

——譯者

到一边,則必需重新托住天平并改換砝碼。

8.托梁裝置應小心地放下,不要用力過猛,使天平的指針在兩邊都擺到離標尺中央5~7格的地方。應該等指針走近標尺中央時平穩地將托梁裝置升起。

9.讀取指針擺動格數時,天平箱的門應該關緊,而天平盤不應擺動。

為了使天平盤停止擺動,可將托梁裝置輕輕地升起和放下。

10.如果放下托梁裝置時指針停住不移動,可用輕微的氣流(用手或紙片煽動)來引起擺動。

11.不可將需分析的物質直接放在天平盤上。只有在專用的器皿中(在安甌,坩堝,稱瓶中,或在表面皿等器皿上,但不要在紙上)才能稱重。揮發性物質需在有磨口塞的杯(稱瓶)中稱重。

12.用于稱重的器皿,其外面應清潔、干燥。

13.添加和取去被稱量的物質一定要在天平箱外進行。

14.砝碼以及天平的盤和梁都禁止用手接觸。

15.被稱量的物體總是放在左盤上,而砝碼放于右盤上,這些都應放于盤的中央部分(使盤不致偏到某一边)。

16.稱重使用分析砝碼,分析砝碼由一組計克數的鍍金黃銅砝碼和一組計毫克數的鋁質小砝碼組成(表1)。ADB-200天平

表 1 分析砝碼的鑑定

計克數的砝碼組			計毫克數的砝碼組		
砝碼數	砝碼的質量 以克計	誤差 以毫克計	砝碼數	砝碼的質量 以毫克計	誤差 以毫克計
1	100	+1	1	500	±0.3
1	50	+1	1	200	±0.3
1	20	+1	2	100	±0.3
2	10	+0.6	1	50	±0.3
1	5	+0.6	1	20	±0.2
2	2	+0.6	3	10	±0.2
1	1	+0.6			

只用計克數的砝碼，而 C-200 天平則計克數的和計毫克數的砝碼都要使用。

工業-化學天平上的 T2-1000 二級工業砝碼由一組計克數的鍍銀黃銅砝碼和一組計毫克數的鋁質砝碼組成(表 2)。

表 2 工業砝碼的鑑定

砝碼數	計克數的砝碼組		砝碼數	計毫克數的砝碼組	
	砝碼的質量 以克計	誤差 以毫克計		砝碼的質量 以毫克計	誤差 以毫克計
1	500	+100	1	500	±2
1	200	+50	1	200	±2
2	100	+25	2	100	±2
1	50	+20	1	50	±2
1	20	+15	1	20	±2
2	10	+10	3	10	±2
1	5	+5			
2	2	+4			
1	1	+4			

砝碼可用鑷子(帶有骨質或其它非金屬尖端)來夾取，但絕不許用手指拿。稱重時應先利用較大的砝碼，然后用較小的(用鑷子夾住彎的末端)，最后利用游碼使指針對到零點來結束稱重(C-200 天平)。稱重的結果先按砝碼匣中的孔穴記錄，随后將砝碼放入孔穴再檢查記錄，然后，記下游碼的示數，此后應用鈎將游碼由天平梁掛起。

稱量后，天平箱的門及砝碼匣子都應美好，而移動游碼的杆應移入天平箱內。

17. 建議按差數得出準確的(但不是準確測定的)稱重。為此將所需物質的數量先在工業-化學天平(見圖 3)上大約稱重，然后在分析天平上連器皿一起準確地稱重。器皿騰空后測定其重量。由兩次稱重結果的差數計算試樣的準確重量。稱取液體時，為了易于傾出，可將一根小玻棒放入所稱量的瓶中。

18. 不允許將热的物件(称瓶、蒸發皿等)称重。必須將它們先放在干燥器中(不少于 30 分鐘),干燥器应放在天平室內天平近旁。

19. 坩堝、蒸發皿、称瓶、鍍面皿及所有其它称重用的器皿应先个别地称重,記錄其重量;每次在其上(或在其中)称量被分析物質前,須核对这个重量。

20. 天平盤应保持十分清潔。称重后須用軟毛笔仔細拂扫天平盤和大理石底板。

21. 天平箱內应放一个燒杯,內盛含鈷的矽膠或煅燒过的氯化鈣。氯化鈣每月至少应換一次,而矽膠則在变色后即放在130°烘箱中干燥。

22. 不得使天平載重超过其極限負荷(100 克或 200 克)。

23. 如果有了任何毛病,在修好前不可使用天平。

二、天平室的設備和天平的安裝

分析天平应安放在單独的、防灰塵而光綫均勻的房間里,室內空气的温度和相对湿度不得有大的波动。放置天平的房間,其牆壁和地板附近不应使用机器、發动机及震动的設備。沒有單独的房間时,分析天平可安置在一般實驗室內,用密閉的玻璃壁把这塊地方隔开。

分析天平安放在專用的石台或木台(帶厚面板的桌子)上。如果沒有这种天平台,可以在主牆上用几根支架固定一塊厚 80~100 毫米的欄板。台子或欄板的寬度为 500 毫米,离地高度为 800 毫米。当一个公共天平台上安置几台天平时,每台天平应有一公尺的地位。天平室內应有單独的欄架或桌子用来放置干燥器。

天平的位置應該不受冷、热、气流的影响。天平室內不准使用加热仪器及吸烟。

天平、砝碼及其它測量仪器都应由 苏联部長會議所屬度量

和測量儀器委員會按規定的時期進行檢驗。

第二章 儀器、器具和器皿

一、溫度計

使用化學溫度計時，需遵守下列規則：

1. 對待溫度計要小心。
2. 不要將溫度加熱超過刻度上指示的最高溫度。加熱要逐漸進行。

3. 使用後讓溫度計逐漸冷卻，洗干淨後放回原處。

4. 時時檢驗溫度計示數的正確性，方法如下：將它插入純淨的冰（由蒸餾水製成）中確定其 0，並當氣壓為 760 毫米水銀柱時在水蒸汽中確定其 100°。也可以將此溫度計的示數與一支合格的溫度計的示數相比較。

在皮革實驗室中，可能使用下列溫度計：

水銀化學溫度計，由 0 到 +360° 有四种：由 0 到 +100°；由 0 到 +150°；由 0 到 +250°；由 0 到 +360°。刻度的分度為 1°；最大誤差由 ± 1 到 $\pm 4^\circ$ ，依測量區段而定。

TAH-3 長型水銀溫度計，由 0 到 +300°，供三個測量區段用（一套有三支溫度計）。刻度的分度為 0.5°；示數的最大誤差為 $\pm 1^\circ$ 。

TAH-1 短型水銀溫度計，由 +5 到 +360°，供五個和七個測量區段用（一套有五支及七支溫度計）。刻度的分度為 0.5°；對刻度的不同區段，示數的最大誤差為 ± 1 至 $\pm 3^\circ$ 。

TL-6 標準水銀溫度計，供五個測量區段用（一套有五支溫度計）。刻度的分度為 0.1°；對刻度的不同區段示數的最大誤差為 ± 0.3 至 $\pm 0.4^\circ$ 。

TH-16 液體低溫溫度計（內盛石油醚），由 -90 到 +20°。刻度的分度為 1°；對刻度的不同區段示數的最大誤差為 ± 1 至

$\pm 2.5^{\circ}$ 。

高溫棒形水銀溫度計，由 0 到 $+500^{\circ}$ 。刻度的分度為 2.5 及 10° ；示數的最大誤差為 ± 2 至 $\pm 10^{\circ}$ ，依刻度的分度和測量的區段而定。

馬爾鐵斯-平斯基儀器用的水銀溫度計（國定全蘇標準 400—41），供兩個測量區段用：由 -30 到 $+170^{\circ}$ 及由 $+100$ 到 $+300^{\circ}$ 。刻度的分度為 1° ；示數的最大誤差為 ± 1 至 $\pm 3^{\circ}$ ，依溫度的區段而定。

粘度計（為測定相對粘度用）上的水銀溫度計（國定全蘇標準 400—41），供兩個測量區段用：由 0 到 $+60^{\circ}$ 及由 $+50$ 到 $+110^{\circ}$ 。刻度的分度為 0.5° ；示數的最大誤差為 $\pm 1^{\circ}$ 。

在開口坩堝中測定石油產品閃點用的水銀溫度計（國定全蘇標準 400—41）。刻度的分度為 1° 。對刻度的不同區段示數的最大誤差為 ± 1 至 $\pm 4^{\circ}$ 。

在標準儀器中分餾透明石油產品用的水銀溫度計（國定全蘇標準 400—41），測量區段由 0 到 $+360^{\circ}$ 。刻度的分度為 1° ；對刻度的不同區段示數的最大誤差為 ± 1 至 $\pm 4^{\circ}$ 。

烏別洛吉儀器上用的水銀溫度計（國定全蘇標準 400—41），供兩個測量區段用：由 0 到 $+150^{\circ}$ 及由 $+100$ 到 $+250^{\circ}$ 。刻度的分度為 1° ；示數的最大誤差為 ± 1 至 $\pm 3^{\circ}$ 。

THT-28 接觸式水銀溫度信號器（接觸溫度計）；用來控制與繼電器相聯接的烘箱中的溫度；測量區段由 $+40$ 到 $+240^{\circ}$ ；刻度的分度為 2° ；示數的最大誤差為 $\pm 2^{\circ}$ ；電路中電流的最大強度為 0.2 安培；最高電壓為 6 伏特；每分鐘通電和斷路的次數最多為 2 。

將溫度信號器調整到指定通電的溫度，其方法是將一部分水銀由毛細管轉注到上面的貯器中，使剩下的水銀柱的液面對着倒刻度上相應的刻度。

當控制環境的溫度達到指定數值時，水銀柱接觸到焊在毛