

44 Vorschläge für neue Vorschriften für die Chemische Lederanalyse aus dem Jahre 1963

Die Kommission für die Chemische Lederanalyse des VGCT hat sich in mehrjähriger Arbeit entsprechend dem ihr erteilten Auftrag bemüht, die wichtigsten Methoden der chemischen Lederanalyse gründlich zu überarbeiten und zu modernisieren. In zahlreichen Beratungen wurden die verschiedenen Vorschläge geprüft und gegeneinander abgewogen und bei strittigen Fragen Gemeinschaftsuntersuchungen zur Klärung unternommen. Die Arbeit der Kommission war dadurch erschwert, dass wir uns gleichzeitig bemühen mussten, eine internationale Angleichung der Untersuchungsverfahren zu erreichen, da es auf die Dauer untragbar ist, dass in den verschiedenen europäischen Ländern nach unterschiedlichen Prüfmethoden gearbeitet wird. Es ist mir ein Bedürfnis, dem Vorsitzenden der internationalen Kommission, Herrn Professor Dr. A. Engeler, St. Gallen, für seine Bemühungen um die internationale Verständigung herzlich zu danken. Die Arbeiten konnten inzwischen sowohl für den Bereich des VGCT wie auch auf internationaler Ebene sachlich abgeschlossen werden. Da sich die redaktionelle Bereinigung des Textes auf internationaler Basis leider immer wieder verzögert, für die deutschen Verhältnisse aber eine endgültige Klärung nicht länger hinausgezögert werden sollte, teilen wir nachstehend und in den nächsten Heften den Text in einer der deutschen Kommission zweckmäßig erscheinenden Fassung mit und bitten alle Interessenten, ihn zu prüfen und etwaige Einwände bis zum 31.12.1963 dem Vorsitzenden der Kommission bekanntzugeben.

Die Kommission wird dann nach nochmaliger Beratung etwaiger Einwendungen auf der Hauptversammlung des VGCT 1964 den Antrag stellen, die vorgelegte Neufassung als offizielle Methode für den Bereich des VGCT für verbindlich zu erklären. Das schließt nicht aus, dass im Anschluss an die Annahme des sachlichen Inhalts die Textfassung in Zusammenarbeit mit dem Fachnormenausschuss Materialprüfung im Deutschen Normenausschuss noch in die übliche DIN-Form gebracht wird.

Ich danke allen Mitgliedern der Kommission für ihre intensive Mitarbeit bei der Lösung der gestellten Aufgaben.

I. Allgemeine Bemerkungen

1. Sinn und Zweck einheitlicher Untersuchungsmethoden

Die nachfolgenden Richtlinien sind als offizielle Methoden der Union vorgeschlagen und sollen dazu beitragen, die Arbeitsweise auf internationalem Boden zu vereinheitlichen. Damit soll erreicht werden, die Zusammensetzung eines Leders international vergleichen zu können.

Es sei hervorgehoben, dass diese Richtlinien, auch wenn sie als offizielle Methoden der Union empfohlen werden, für die einzelnen Länder nicht bindend sind. Jedoch ist zu hoffen, dass alle nationalen Verbände diese zum Teil neuen Methoden ihrerseits als offiziell erklären werden.

2. Aufbau der Richtlinien

Die Richtlinien umfassen die chemischen Einzelbestimmungen zur Ermittlung der Lederzusammensetzung. Die am Schluss einiger Methoden beigefügten Anmerkungen sind nicht als Teile der Arbeitsmethoden zu betrachten. Sie wollen viel mehr auf Geräte, Apparate und Hilfsmittel, welche die Arbeit erleichtern, hinweisen. Sie enthalten aber auch Hinweise für die Herstellung von speziellen Reagenzien, die Titerstellung von speziellen Normallösungen und Arbeitsmethoden, die in besonderen Fällen angewendet werden müssen. Dies vor allem, um das Suchen und Ausprobieren geeigneter Methoden soweit

als möglich zu ersparen.

3. Anwendungsbereich

Die nachfolgenden Arbeitsmethoden sind für alle Arten von Leder anwendbar. Sie können sowohl für Einzelbestimmungen als auch im Rahmen einer vollständigen Lederanalyse angewendet werden.

4. Maßgebender Text

In Zweifelsfällen ist der deutsche Text der Richtlinien maßgebend.

5. Die Ergebnisse der Einzelbestimmungen

Die Ergebnisse der Einzelbestimmungen sowie die Mittelwerte sollten stets, wenn nicht in Einzelfällen anders festgelegt, auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet

werden. Wenn in der zweiten Stelle nach dem Komma 1-5 steht, so wird abgerundet, steht in der zweiten Stelle 6-9, so wird aufgerundet. Die Durchgerbungs- und Rendementszahlen werden entsprechend auf volle Zahlen auf- oder abgerundet.

6. Darstellung der Analyseergebnisse

Die Analyseergebnisse werden üblicherweise auf 0% Wasser bezogen, beim ermittelten Fettgehalt.

Um gleichartige Leder von verschiedenem Fettgehalt in den übrigen Komponenten miteinander vergleichen zu können, kann zusätzlich eine Umrechnung auch auf 0% Fett vorgenommen werden. Dies ist allerdings im Analysenbericht zu vermerken.

Bild 1

Im Rahmen einer vollständigen Lederanalyse können die ermittelten Ergebnisse der Lederuntersuchung nach dem folgenden Schema dargestellt werden.

1. pflanzlich oder chrom-pflanzlich kombiniert gegerbtes Leder

	Ermittelte Zusammensetzung	Zusammensetzung, bezogen auf Leder mit 0% Wasser
Hautsubstanz	. . . %	. . . %
Gebundene org. Stoffe	. . . %	. . . %
Ledersubstanz	. . . %	. . . %
Auswaschbare org. Stoffe	. . . %	. . . %
Auswaschbare Asche sulfatiert	. . . %	. . . %
Chromoxyd Cr ₂ O ₃	. . . %	. . . %
Gesamtasche sulfatiert mit Methylenchlorid extrahierbare Stoffe	. . . % . . . % . . . %	. . . % . . . % . . . %
Wasser	. . . %	
Durchgerbungszahl		
Rendementszahl	. . .	. . .
pH-Wert des wässe- rigen Lederauszuges		
Differenzzahl		
Schrumpfungstemperatur		
Prüfung auf Durchgerbung		

2. Chromgares Leder

	Ermittelte Zusammensetzung	Zusammensetzung, bezogen auf Leder mit 0% Wasser
Gesamtasche, sulfatiert	. . . %	. . . %
Chromoxyd Cr ₂ O ₃	. . . %	. . . %
Auswaschbare Asche sulfatiert	. . . %	. . . %
mit Methylenchlorid extrahierbare Stoffe	. . . % . . . %	. . . % . . . %
Wasser	. . . %	
pH-Wert des wässe- rigen Lederauszuges		
Differenzzahl		
Schrumpfungstemperatur		

II. Probenahme

1. Anwendungsbereich

Diese Art der Probenahme gilt für leichte und schwere Felle und Häute jeder Gerbart.

2. Entnahmestelle der Abschnitte für die chemische Lederuntersuchung

Die zur chemischen Lederuntersuchung vorgesehenen Einheiten (Felle, Croupous, Hälften, Hälse oder Bäuche) werden

gemäß der Anweisung für die Probenahme für die physikalischen Prüfungen (siehe I. U. P./2, Punkt 2 sowie die Figuren 1-4) eingeteilt. Die Bezeichnung der Punkte, Strecken und Abschnitte gemäß den Figuren in I. U. P./2 gilt auch für die vorliegende Richtlinie. Leichte Beschädigungen der Narbenoder Fleischseite sind bedeutungslos.

2.1 Probenahme bei Fellen, ganzen Häuten und Hälften

Es wird ein quadratischer Lederabschnitt anschließend an die Strecke HK (gemäß I. U. P./2 - Abbildung 1) und in Richtung Schwanzwurzel, ausgehend vom Punkt H und mit der Seitenlänge gleich der halben Strecke HK entnommen. „Wenn notwendig, kann der Abschnitt auch aus der korrespondierenden Stelle der gegenüberliegenden Fellhälfte stammen.

2.2 Probenahme bei Croupons (Kernstücken)

Es wird ein quadratischer Lederabschnitt anschließend an die Strecke HK (gemäß I. U. P./2 - Abbildung 2) und in Richtung Schwanzwurzel, ausgehend vom Punkt H und mit der Seitenlänge gleich der halben Strecke HK entnommen.

2.3 Hälse

Es wird ein quadratischer Lederabschnitt anschließend an die Strecke AB (gemäß I. U. P./2 - Abbildung 3) und in Richtung Kopf, ausgehend vom Punkt A und mit der Seitenlänge gleich der halben Strecke AB entnommen.

2.4 Bäuche (Flanken)

Es werden zwei quadratische Abschnitte von etwa 10 cm Seitenlänge entlang der Schnittlinie TU (gemäß I. U. P./2 -Abbildung 4) rechts und links vom Mittelpunkt der Seite und direkt anschließend an den für die physikalischen Prüfungen vorgesehenen Abschnitt entnommen. Sind keine physikalischen Prüfungen, sondern nur chemische Lederuntersuchungen durchzuführen, dann wird ein rechteckiger Abschnitt von 20 x 10 cm Seitenlänge, mit der Mitte der Längsseite in Punkt Q und in 2 cm Entfernung von der Schnittlinie TU entnommen.

Die Platzierung der Abschnitte für die chemische Lederuntersuchung geht aus der abgebildeten Skizze hervor.

3. Anzahl der zu untersuchenden Einheiten

In der Regel sind drei Einheiten (Felle, Croupons, Hälften, Hälse oder Bäuche) zu bemustern und in einem Durchschnittsmuster zu untersuchen. Ist das nicht der Fall, dann ist dies im Prüfbericht zu vermerken unter Angabe der Anzahl der untersuchten Einheiten.

4. Mindestgewicht des aus jeder Einheit zu entnehmenden Materials

Für die Durchführung der chemischen Lederanalyse ist folgendes Mindestgewicht an Material erforderlich:

Bild 2 und 3

4. 1. bei der Untersuchung von pflanzlich und kombiniert gerbten Ledern: 100 g
 4. 2. bei der Untersuchung von mineralgaren Ledern: 60 g.

Entnahmestelle der Abschnitte für die chemische Lederuntersuchung bei Fellen, ganzen Häuten und Hälften, Croupons, Hälsen und Bäuchen

Einteilung gemäß I. U. P./2

□ Physikalische Prüfungen ▨ Chemische Prüfungen

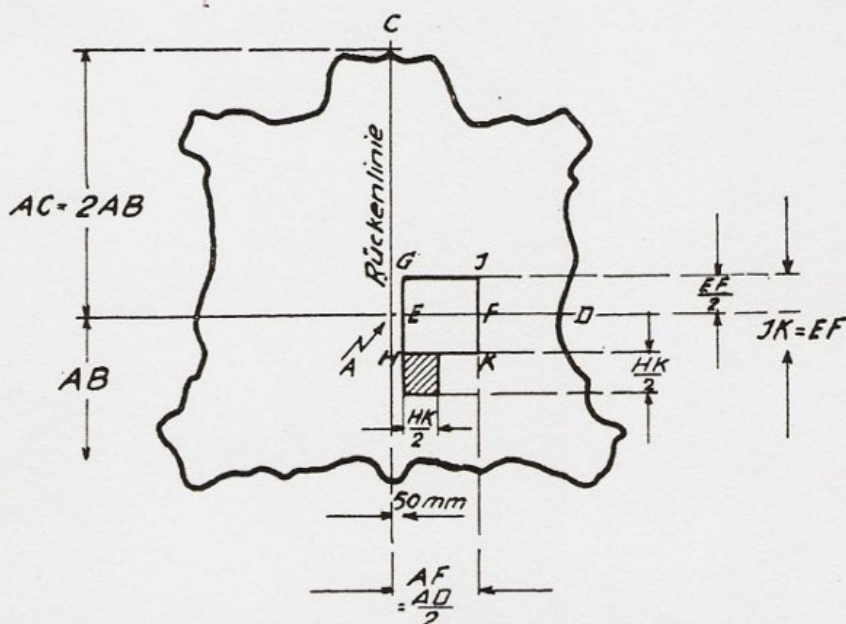


Abbildung 1. Probenahme bei Fellen, ganzen Häuten und Hälften

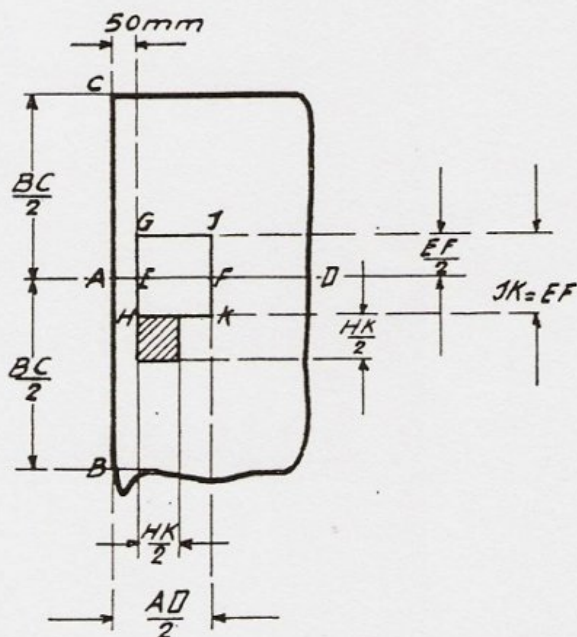


Abbildung 2. Probenahme bei Croupons (Kernstücken)

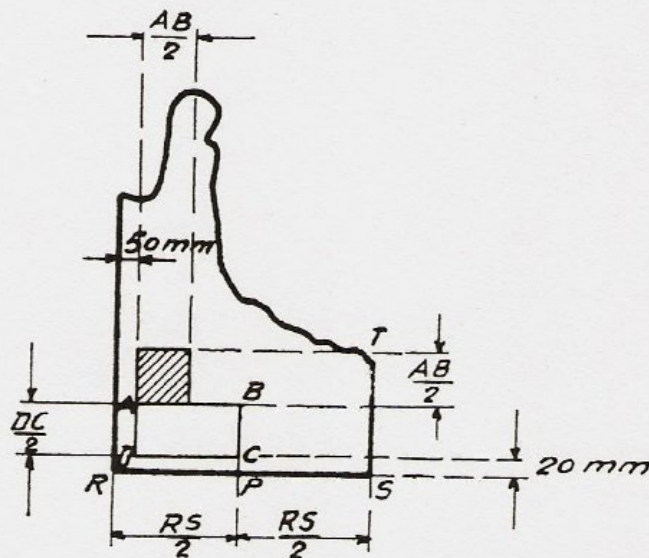


Abbildung 3. Probeentnahme bei Halsen

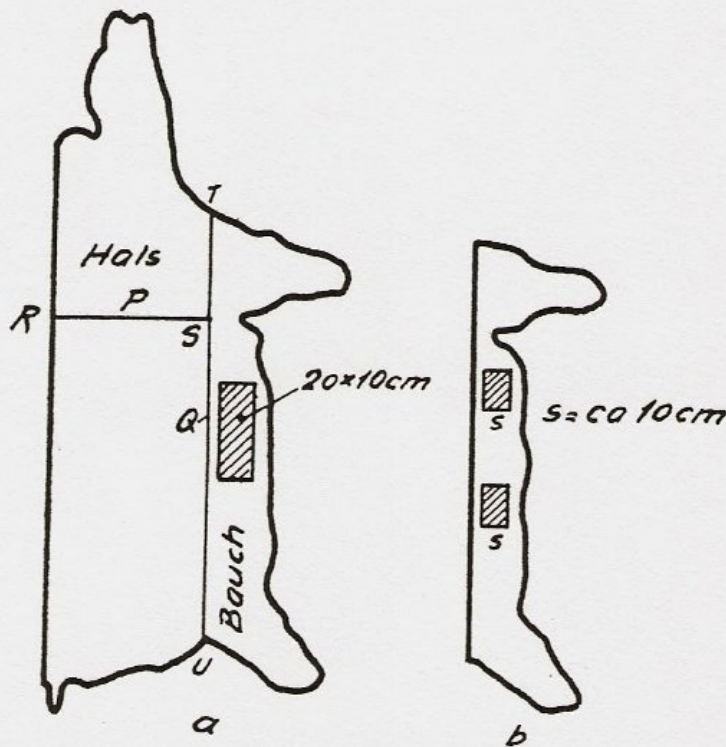


Abbildung 4. Probeentnahme bei Bäuchen (Flanken)

- a) Entnahmestelle, wenn keine physikalischen Prüfungen durchzuführen sind.
 b) Entnahmestelle unter Rücksichtnahme für physikalische Prüfungen.

5. Anmerkungen

5.1. Gleichzeitige chemische und physikalische Prüfung

Sind zugleich physikalische Prüfungen und chemische Lederanalyse von den gleichen Einheiten (Felle, Croupons, Hälften Hälse oder Bäuche) auszuführen, so hat die Probenahme für die physikalischen Prüfungen gemäß I. U. P/2 in jedem Fall den Vorrang. Der Abschnitt für die chemische Lederuntersuchung darf, wenn unbedingt notwendig, leicht verschoben werden.

5.2 Zusätzliches Material

Die unveränderten Stanzabfälle von der Probenahme für die physikalischen Prüfungen können für die chemische Lederanalyse mitverwendet werden. Dies muß jedoch im Prüfbericht vermerkt werden. Wird das vorgeschriebene Mindestgewicht auch unter Verwendung der Stanzabfälle nicht erreicht, was bei sehr leichten Ledern durchaus eintreten kann, so wird weiteres Material aus dem unmittelbaren Bereich der Probenahme dieser Vorschrift entnommen. Dies ist jedoch im Prüfbericht zu vermerken. Bei Schiedsanalysen darf nur Material aus den nach dieser Vorschrift entnommenen quadratischen Abschnitten verwendet werden muss, um das erforderliche Mindestgewicht zu erreichen, zusätzliches Material aus dem unmittelbaren Bereich der Probenahme dieser Vorschrift entnommen werden, so ist dies im Prüfbericht zu vermerken und allenfalls mittels Skizze zu veranschaulichen.

5.3 Akklimatisation

Wird nur die chemische Lederanalyse durchgeführt, so ist die Akklimatisation gemäß I. U. P/3 nicht erforderlich.

III. Vorbereitung des Probematerials durch Zerkleinerung

1. Anwendungsgebiet

Für die chemische Lederanalyse sind Leder jeder Art mit einer Messermühle zu zerkleinern. Das aus der Messermühle erhaltene, zerkleinerte Material wird als „gemahlenes Leder“ oder „Lederpulver,“ bezeichnet.

2. Mühle

Geeignet sind alle Mühlen mit einer Messergeschwindigkeit von 700-1000 Touren pro Minute und Lochsieb von 4 mm Durchmesser. Die Messer der Mühle sind der Benützung entsprechend zu schleifen.

3. Anmerkungen

3.1 Mühlen

Die nachfolgend aufgeführten Mühlenfabrikate entsprechen aufgrund der erfolgten Erhebungen bei den Herstellern und auch aufgrund von Vergleichsversuchen den unter Punkt 2 aufgeführten Bedingungen:

APEX -APEX-Construction Ltd.,

15 Soho Square

London W 1

FUCHS 125 H -Maschinenfabrik Maximilian Fudos

Co. Westbahnstraße 27-29

Wien VII/62

BRABENDER - Zerkleinerungsmühlen, System Wiley,

Brabender

Duisburg am Rhein

ALPINA -Rotoplex Schneidmühle 10/6,

Alpina AG

Augsburg 2

WILEY -Wiley Milk Thomas & Co.

Philadelphia (USA).

Bei anderen Mühlentypen sind zunächst Vergleichsversuche mit einer der angeführten Typen anzustellen.

3.2 Vorzerkleinerung

Vor dem Mahlen wird die Lederprobe zweckmäßigerweise durch Stanzen oder Schneiden in kleine Abschnitte zerkleinert. Dadurch wird die Mühle geschont und ein gleichmäßigeres Muster erhalten.

3.3 Reinigung der Mühle

Mühle, Sieb und Einwurf müssen nach jedem Mahlen eines Ledermusters gründlich gereinigt werden. Vor dem Mahlen eines neuen Musters empfiehlt sich, vorerst einige Stückchen dieses Leders zu mahlen, das erhaltene Lederpulver zu verwerfen, Mühle, Sieb und Einwurf nochmals gründlich zu reinigen und erst dann das ganze Muster zu zerkleinern. Die Verwendung von Wasser oder feuchten Textilien ist für die Reinigung zu unterlassen.

3.4 Nasses oder feuchtes Leder

Liegt nasses oder feuchtes Leder für die chemische Untersuchung vor, so ist dieses vor der Zerkleinerung schonend zu trocknen. Auf keinen Fall darf nasses oder feuchtes Leder in der Mühle zerkleinert werden.

IV. Bestimmung der durch Methylenchlorid (Petroläther) extrahierbaren Stoffe (Fette

und andere lösliche Stoffe)

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1 Als extrahierbare Stoffe werden die mit Methylenchlorid aus dem Leder ausziehbaren Substanzen bezeichnet (Fette und andere lösliche Stoffe). Petroläther ist gleichfalls zu

gelassen, doch ist die Abweichung im Prüfbericht anzuführen.

1.2 Die extrahierbaren Stoffe können in jedem beliebigen Leder bestimmt werden.

2. Grundsätzliches

Mit organischen Lösungsmitteln können aus dem Leder nicht sämtliche Fett- und ähnliche Stoffe extrahiert werden, da sie zum Teil in ihnen nicht löslich und zum Teil an Leder gebunden sind. Andererseits können die Lösungsmittel auch Nichtfettstoffe, z. B. Schwefel und Imprägnierungsmittel herauslösen. Schwefel verursacht Schwierigkeiten bei der Bestimmung der Säurezahl und der Verseifungszahl des Fettes.

3. Apparate und Reagenzien

3.1. Extraktionsapparatur nach Soxhlet (Extraktionskolben passender Größe).

3. 2. Filterpapierhülsen passender Größe und Beschaffenheit oder passende Glasfilterglocke.

3. 3. Methylenchlorid, Siedepunkt 38/41° C, frisch destilliert, in dunkler Flasche über CaO aufbewahrt.

3. 4. Petroläther vom Siedepunkt 40-60° C.

3. 5. Laboratoriumswaage mit einer Empfindlichkeit von 0,05 g.

3. 6. Analytische Waage.

3. 7. Wärmeschrank, eingestellt auf $102 \pm 2^\circ \text{C}$.

4. Probenahme und Vorbereitung

4.1. Probenahme gemäß II.

4.2. Zerkleinerung gemäß III.

5. Durchführung

5.1 $10 \pm 0,1$ g Leder abwägen und gleichmäßig in die Papierfilterhülse oder in die Glasglocke stopfen. Das Leder mit einer dünnen Watteschicht bedecken.

5.2. Den Extraktionskolben mit zwei Glasperlen durch halb-stündiges Erwärmen auf $102 \pm 2^\circ \text{C}$ trocknen und nach Erkalten im Exsikkator wägen.

5.3. Nach mindestens 30 Lösungsmittelwechseln das Methylenchlorid (Petroläther) aus dem den Extrakt enthaltenden Kolben abdestillieren. Diesen im Trockenschrank während vier Stunden bei $102 \pm 2^\circ \text{C}$ trocknen (wenn Wassertröpfchen sichtbar sind, unter Zusatz von 1-2 ml Alkohol) und nach

halbstündiger Abkühlung im Exsikkator wägen. Kontrollwägung nach weiterer einstündiger Trocknung und halbstündigem Abkühlen. Ergibt die Nachtrocknung eine weitere Gewichtsabnahme von mehr als 10 mg (0,1% der Einwaage), so ist die Trocknung fortzusetzen, höchstens aber 8 Stunden.

6. Auswertung

6.1. Extrahierbare Stoffe in % = g Extrakt x 100/ g Einwaage

6.2. Fehlergrenze: die Ergebnisse einer Doppelbestimmung dürfen höchstens 0,2%, auf die Einwaage bezogen, aus einanderliegen.

7. Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende Prüf Vorschrift.

7.2. Angabe über Abweichungen von der vorliegenden Prüfvorschrift, namentlich bezüglich des verwendeten Lösungsmittel«. Bei Verwendung von Petroläther für die Extraktion ist dies im Prüfbericht zu vermerken (siehe auch Anmerkungen 8.1.).

7.3. Die Ergebnisse der Bestimmungen (Mittelwert) gemäß 6.1, auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8. Anmerkungen

8.1. Die Extraktion mit Methylenchlorid ist derjenigen mit Petroläther vorzuziehen. Das Leder wird mit Methylenchlorid gründlicher extrahiert als mit Petroläther. Bei Parallelversuchen liefert demzufolge Methylenchlorid etwas höhere Werte für den Gehalt an extrahierbaren Stoffen als Petroläther.

8.2. Über längere Zeit gestandenes Methylenchlorid sollte auf Anwesenheit von möglicherweise gebildeter Salzsäure wie folgt geprüft werden:

10 ml Methylenchlorid mit 1 ml Silbernitratlösung 0,1 n

schütteln.

Sollte bei dieser Prüfung eine Trübung der Silbernitrat-Lösung auftreten, ist das Lösungsmittel zu destillieren und in dunkler Flasche über CaO aufzubewahren.

8. 3. Gebrauchtes Methylenchlorid kann nach Destillation wieder verwendet werden.

8.4. Der Extrakt kann zur Bestimmung seiner Kennzahlen (z. B. Säure- und Verseifungszahl der Fettstoffe) verwendet werden.

Nach Entfernung des Lösungsmittels wird das extrahierte Leder zur Bestimmung der auswaschbaren Stoffe nach VII. oder des gebundenen Fetts nach V. Verwendet.

8. 6. Methylenchlorid kann auch Nichtfettstoffe³ z. B. Schwefel, aus dem Leder lösen. Da Schwefel Schwierigkeiten verursacht, kann er in folgender Weise entfernt werden: Die Anwesenheit von Schwefel ist an einer gelben Ausscheidung im Kolben erkennbar. Den Extrakt in möglichst wenig Äthyl-Äther lösen und durch wenig Watte in ein vorgewogenes Kölbchen abfiltrieren. Nach gründlichem Auswaschen des Wattenfilters mit Äther diesen abdestillieren. Scheidet sich dabei erneut Schwefel aus, so ist die Prozedur zu wiederholen. Nach dem Abdestillieren des Äthyläthers das

Kölbchen mit dem Rückstand wieder trocknen und wägen.

V. Bestimmung des gebundenen Fettes

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1. Als gebundenes Fett werden die Stoffe bezeichnet, die nach Entfernung der durch Methylenchlorid extrahierbaren Stoffe (Fette und andere lösliche Stoffe) und nach Zerstörung der Ledersubstanz mit Alkali durch Ausschütteln des angesäuerten Hydrolysats mit Äther isoliert werden.

1.2. Das gebundene Fett kann in jedem beliebigen Leder bestimmt werden.

2. Grundsätzliches

Bei dieser Bestimmung werden neben den tatsächlich an die Ledersubstanz, gebundenen Fettstoffen auch die Fettanteile gefunden, die bei der Fettextraktion in dem verwendeten organischen Lösungsmittel nicht löslich sind. Daher ist bei der vorhergehenden Fettextraktion unbedingt Methylenchlorid zu verwenden oder die Benutzung anderer Lösungsmittel im Prüfbericht anzugeben.

3. Apparate und Reagenzien

3.1. Weithalskolben 250 ml

3.2. Scheidetrichter

3. 3. 8°/oige alkoholische Kalilauge

3. 4. Konzentrierte Salzsäure

3. 5. Äther

3. 6. Wasserbad

3. 7. Laboratoriumswaage mit einer Empfindlichkeit von 0,05 g

3. 8. analytische Waage

3. 9. Wärmeschrank, eingestellt auf $102 \pm 2^\circ \text{C}$.

4. Probenahme und Vorbereitung

4.1. Probenahme gemäß II.

4. 2. Zerkleinerung gemäß III.

5. Durchführung

5.1. $5 \pm 0,1$ g Leder abwägen und nach IV mit Methylenchlorid entfetten. Dabei empfiehlt sich, bei der Extraktion eine Glasglocke statt der Papierfilterhülse zu verwenden.

5.2. Das extrahierte Leder nach Verdunsten des Methylenchlorids quantitativ in einen Weithalskolben

einbringen und mit 35 ml 8%iger alkoholischer Kalilauge auf dem Wasserbad unter Umrühren erwärmen, bis einzelne Lederteile nicht mehr sichtbar sind und nach dem Verdunstendes Alkohols eine leimartige Masse zurückbleibt. Ist das Leder noch nicht vollkommen zerstört, Rückstand nochmals mit Alkohol übergießen und in gleicher Weise behandeln.

5.3. Die zurückbleibende leimartige Masse mit 50 ml heißem Wasser unter Umrühren aufschlemmen, mit 40 ml konzentrierter Salzsäure nach und nach versetzen und zur Aufspaltung der gebildeten Seife etwa 15 Minuten bei leichtem Sieden halten.

5.4. Die Lösung nach Abkühlen in einen Scheidetrichter überführen, mit 50 ml Äther nachspülen und dann mit dieser Äthermenge und anschließend noch dreimal mit je 50 ml Äther ausschütteln.

5.5. Die vereinigten Ätherauszüge mindestens dreimal bis zur Salzsäurefreiheit waschen (Methylorange zusetzen), den Äther abdestillieren und den Rückstand bis zur Gewichtskonstanz bei $102 \pm 2^\circ \text{C}$ trocknen.

6. Auswertung

6.1. Gebundenes Fett in % = $\text{g Rückstand} \times 100 / \text{g Einwaage}$

6.2. Fehlergrenze: Die Ergebnisse einer Doppelbestimmung dürfen höchstens 0,2%, auf die Einwaage bezogen, auseinanderliegen.

7. Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. einen Hinweis auf die vorliegende Prüf Vorschrift;

7.2. Angaben über Abweichungen von der vorliegenden Prüfvorschrift, namentlich wenn ein anderes organisches Lösungsmittel für die vorhergehende Fettextraktion verwendet wurde;

7.3. Die Ergebnisse der Bestimmungen gemäß 6.1. (Mittelwert), auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8. Anmerkungen

8.1. Bei Verwendung von Papier filterhülsen statt Glasglocken bei der Extraktion nach 5.1. ist die quantitative Überführung des extrahierten Lederpulvers aus der Hülse erschwert. In diesem Falle empfiehlt sich eine Zwischeneinwägung und rechnerische Korrektur für das gebundene Fett.

VI. Bestimmung des Wassers im Leder

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1. Als Wassergehalt wird der Gewichtsverlust des Leders beim Trocknen bei $102 \pm 2^\circ \text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz bezeichnet.

1.2. Die Feuchtigkeit kann in jedem beliebigen Leder bestimmt

werden. Nasses Leder ist bei Temperaturen unter 50°C vorzutrocknen.

2.Grundsätzliches

Eine genaue Ermittlung des im Leder enthaltenen Wassers ist durch Trocknung nicht möglich, da bei erhöhter Temperatur auch andere flüchtige Stoffe entweichen und Gerbstoffe und Fette oxidiert werden können. Quellungs- und Kristallwasser kann zum Teil zurückbleiben.

3. Apparate und Reagenzien

3.1. Flache und niedrige Wägegläser mit eingeschliffenem Deckel oder flache offene Schalen. 3. 2. Wärmeschrank, eingestellt auf $102 \pm 2^\circ \text{C}$. 3. 3. Analytische Waage.

3. 4. Geeignete Exsikkatoren.

4. Probenahme und Vorbereitung

4.1. Probenahme gemäß II.

4.2. Zerkleinerung gemäß III.

5.Durchführung

Etwa 3 g der Probe auf 0,001 g genau wägen und bei $102 \pm 2^\circ \text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz trocknen. Dauer der Trocknung in einem normalen Wärmeschrank: 5 Stunden. Wägen nach halbstündigem Abkühlen im Exsikkator. Kontrollwägung nach weiterer einstündiger Trocknung und halbstündigem Abkühlen. Ergibt die Nachtrocknung eine weitere Gewichtsabnahme von mehr als 3 mg (0,1% der Einwaage), so ist die Trocknung fortzusetzen, jedoch nicht länger als insgesamt 8 Stunden.

6.Auswertung

6.1. Feuchtigkeitsgehalt in % $= \frac{G_1 - G_2}{G_1} \times 100$

G_1 = Gewicht der Probe vor dem Trocknen,

G_2 = Gewicht der Probe nach dem Trocknen.

6.2. Fehlergrenze:

Die Ergebnisse einer Doppelbestimmung dürfen höchstens 0,2%, auf die Einwaage bezogen, auseinanderliegen.

7.Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende Prüfvorschrift.

7. 2. Angabe der Abweichungen von der vorliegenden Prüfvorschrift.

7.3. Die Ergebnisse der Bestimmungen gemäß 6.1 (Mittelwert) auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8.Anmerkungen

8.1. Wägegläschen mit eingeschliffenem Deckel erlauben ein sichereres Arbeiten als offene Schalen.

8.2. Zur raschen Orientierung über den Wassergehalt von Blößen und nassem Leder kann das Wasser auch nach der Übertreibmethode z.B. mit Tetrachloräthan $\text{CHCl}_2\text{-CHCl}_2$

als Übertreibmittel im Destillationsapparat nach Dr. F. Gisiger (Mitteilungen Lebensmittelunters, u. Hyg. 18.

VII. Bestimmung der auswaschbaren organischen und anorganischen Stoffe im Leder (Auswaschverlust)

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1. Als Gesamtauswaschverlust wird die Menge sämtlicher Stoffe bezeichnet, welche sich mit Wasser unter bestimmten Bedingungen aus dem Leder herauslösen lassen. Es sind dies vor allem organische Gerbstoffe und Nichtgerbstoffe sowie Mineralsalze.

1.2. Unter auswaschbarer Asche wird der sulfatierte Aschegehalt in den auswaschbaren Stoffen, unter auswaschbaren organischen Stoffen die Differenz zwischen Gesamtaus-

waschverlust und auswaschbarer Asche verstanden.

1.3. Die nachfolgend beschriebene Methode ist für alle Lederarten anwendbar.

2. Grundsätzliches

2.1. Das Ergebnis über den Gehalt eines Leders an auswaschbaren Stoffen ist abhängig vom Grad der Zerkleinerung des Leders, von Temperatur und Dauer der Auslaugung und dem Verhältnis Leder zu Wasser. Die genaue Innehaltung der Prüfbedingungen zur Erzielung vergleichbarer Resultate ist daher unerlässlich.

3. Apparate und Reagenzien

3.1. Weithalsflasche 650-750 ml mit gutschließendem Glasoder Gummistopfen.

3. 2. Faltenfilter.

3. 3. Meßkolben-Normalpräzision 500 ml.

3. 4. Vollpipette Normalpräzision 50 ml.

3. 5. Eindampfschalen aus Quarz, Platin oder Porzellan mit flachem Boden, 50 ml fassend.

3. 6. Trichter und Erlenmeyerkolben 300 ml.

3. 7. Destilliertes Wasser.

3. 8. Geeigneter Schüttelapparat mit 50 ± 10 Touren pro Minute.

3. 9. Thermometer. Z. B. Schleicher & Schüll Nr. 560 oder ähnlicher Beschaffenheit.

3.10. Laboratoriumswaage mit einer Empfindlichkeit von 0,05 g.

3.11. Analytische Waage.

3.12. Geeigneter Wärmeschrank, eingestellt auf $102 \pm 2^\circ \text{C}$.

3.13. Wasserbad.

4. Probenahme und Vorbereitung, Extraktionsbedingung

4.1. Probenahme gemäß II.

4. 2. Zerkleinerung gemäß III.

4. 3. Das Leder wird vor der Bestimmung der auswaschbaren Stoffe nach IV entfettet.

4.4. Extraktion bei $20 \pm 2^\circ \text{C}$, keinesfalls aber höher als bei 25°C . Siehe auch Bemerkung 8.1.

5. Durchführung

5.1. 10 g gemahlenes und entfettetes Leder mit 500 ml destilliertem Wasser von 20°C in der Weithalsflasche (evtl. Thermosflasche: siehe Anmerkung 8.1.) während 2 Stunden schütteln, maschinell mit 50 ± 10 Touren pro Minute.

5.2. Flascheninhalt durch Faltenfilter klar filtrieren. Die ersten 50 ml des Filtrates verwerfen. In weiteren 50 ml die Menge der auswaschbaren organischen, bzw. anorganischen Stoffe bestimmen.

5.3. Gesamt-Auswaschverlust (siehe auch Anmerkung 8. 2.). Genau 50 ml des klaren Filtrates in bei 800°C vorgeglühter und gewogener Schale auf dem Wasserbad zur Trockne eindampfen, bei $102 \pm 2^\circ \text{C}$ während ca. 2 Stunden trocknen, abkühlen im Exsikkator*), rasch wägen. Trocknung wiederholen, bis die Gewichtsabnahme weniger als 2 mg beträgt, höchstens aber 8 Stunden.

5.4. Auswaschbare Asche.

Rückstand von 5.3. in der Schale mit einigen Tropfen Schwefelsäure 2 n vollständig befeuchten, über kleiner Flamme abrauchen, bis keine Schwefelsäuredämpfe mehr sichtbar sind. Bei Rotglut, vorteilhaft im Muffelofen bei 800°C , 15 Minuten glühen. Im Exsikkator abkühlen und so schnell wie möglich wägen.

6.Auswertung

6.1. Gesamt-Auswaschverlust in % = g Trockenrückstand /g Einwaage x 100

6. 2. Auswaschbare Asche als Sulfat in % = g sulfatierter Glührückstand/g Einwaage x 100

6. 3. Auswaschbare organische Stoffe in % = Differenz zwischen Gesamt-Auswaschverlust und auswaschbarer sulfatierter Asche.

6.4. Fehlergrenze:

Die Ergebnisse einer Doppelbestimmung dürfen bei 6.1. bis 6. 3. höchstens um 0,2%, auf die Einwaage bezogen, auseinander liegen.

7.Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende Prüfvorschrift.

7. 2. Angabe von Abweichungen von der vorliegenden Prüfvorschrift, auch wenn die Temperatur von $20 \pm 2^\circ \text{C}$ nicht eingehalten werden kann, unter Angabe der tatsächlich gemessenen Temperatur.

7.3. Die Ergebnisse der Bestimmungen gemäß 6. (Mittelwert) auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8. Anmerkungen

8.1. Kann die vorgeschriebene Extraktionstemperatur von $20 \pm 2^\circ \text{C}$ im Prüfraum nicht eingehalten werden, so ist die Verwendung einer Thermosflasche von 650-750 ml Inhalt zu empfehlen.

8. 2. Der Gesamt-Auswaschverlust und die auswaschbare Asche können auch getrennt ermittelt werden. Der Gesamt-Auswaschverlust wird durch Eindampfen von 50 ml des Filtrats in bei $102 \pm 2^\circ \text{C}$ vorgetrockneten Schalen aus Platin, Quarz, Silber, Porzellan oder Glas nach 5. 3. ermittelt.

Die auswaschbare Asche wird durch Eindampfen von weiteren 50 ml des Filtrates in bei 800°C vorgeglühtem Quarz-, Platin- oder glasiertem Porzellantiegel nach 5. 4. ermittelt. Die Auswertung bleibt sich gleich.

8. 3. Im Filtrat werden vorhandene Ammonsalze als auswaschbare organische Stoffe erfaßt. Sie können in bekannter Weise durch Destillation des Filtrates nach Ansäuern, z. B. nach XI, Punkt 5.4., ermittelt werden. Sie werden als Ammonsulfat berechnet.

VIII. Bestimmung der Asche (Gesamtasche und wassere unlösliche Asche)

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1. Als Gesamtasche wird der durch Verbrennung des Leders im offenen Tiegel bei 800°C entstandene Rückstand nach der Sulfatierung bezeichnet.

1.2. Als wasserunlösliche Asche wird der nach der Auslaugung des Leders mit Wasser durch Veraschung und Sulfatierung erhaltene Rückstand bezeichnet.

1. 3. Die nachfolgend beschriebenen Bestimmungen können bei jedem beliebigen Leder vorgenommen werden. Sie werden in dem Maße fehlerhaft, wie das Leder Organometallverbindungen, z. B. Silikone, enthält (siehe auch Anmerkung 8.6).

2. Grundsätzliches

2.1. Die durch Veraschung gefundene Menge an Mineralsubstanzen kann vom tatsächlichen Gehalt an solchen infolge eingetretener Zersetzung, Reduktion oder Verflüchtigung von gewissen Salzen abweichen.

2. 2. Durch Behandlung der Asche mit Schwefelsäure werden die Salze und Oxyde in Sulfate

übergeführt. Enthält das Leder mineralische Gerbstoffe, so werden deren sich bei der Veraschung bildenden Oxyde ebenfalls sulfatiert, bei der gewählten Glühtemperatur jedoch wieder in die Oxyde umgewandelt.

2. 3. Zur Ermittlung der Gesamtasche, z. B. im Rahmen einer vollständigen Lederanalyse, können die wasserlöslichen und -unlöslichen Mineralstoffe getrennt rechnerisch ermittelt oder auch gesondert bestimmt werden.

2.4. Vorhandene Ammonsalze werden nicht erfasst. Zu ihrer Ermittlung sei auf VII, Anmerkung 8.3., verwiesen.

3.Apparate und Reagenzien

3.1. Glasierte Porzellan-, Platin- oder Quarztiegel bzw.Schalen.

3. 2. Schwefelsäure 2n. 3. 3. Geeignete VeraschungsVorrichtung, am besten auf 800° C eingestellter Muffelofen.

3. 4. Analytische Waage.

4. Probenahme und Vorbereitung

4.1. Für die Bestimmung der Asche: Probenahme gemäß II und Zerkleinerung gemäß III.

4.2. Für die gesonderte Bestimmung der wasserunlöslichen Asche: Das nach der Bestimmung der auswaschbaren Stoffe nach VII zurückbleibende Leder lufttrocknen und veraschen (siehe auch Anmerkung 8.2.).

5.Durchführung

5.1. 2-5 g der Originalleder-Probe auf 0,001 g genau wägen, in einem vorgeglühten und gewogenen Tiegel über kleiner Flamme zuerst vorsichtig so verkohlen, dass das Leder mit kleiner Flamme verbrennt. Gefettete Leder besonders sorgfältig verkohlen, damit das Fett nur langsam verbrennt.

Anschließend mit Schwefelsäure 2n vollständig befeuchten und über kleiner Flamme abrauchen, bis keine Schwefelsäuredämpfe mehr sichtbar sind. Hierauf bei starker Flamme, am besten jedoch im Glühofen bei etwa 800° C bis zur vollständigen Veraschung erhitzen (siehe auch Anmerkung 8. 3.). Dann im Exsikkator abkühlen und wägen.

6. Auswertung

6.1. Gesamtasche in % g Gesamtasche sulfatiert/g Einwaage x 100

6. 2. Gehalt an wasserunlöslicher Asche in % rechnerisch ermittelt = % Gesamtaschegehalt sulfatiert % auswaschbare Asche, sulfatiert (ermittelt nach VII, Punkt 5.4.)

gesondert bestimmt g unlösliche Asche, sulfatiert/g Einwaage x 100

6.3. Fehlergrenze. Die Ergebnisse der Doppelbestimmung dürfen um nicht mehr als 0,1%, bezogen auf Einwaage, auseinanderliegen.

7.Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende Prüfvorschrift.

7. 2. Angabe über Abweichungen von der vorliegenden Vorschrift.

7.3. Die Ergebnisse der Bestimmungen gemäß 6. (Mittelwert) auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8. Anmerkungen

8. 1. Für die Bestimmung der Asche kann allenfalls das bei der Bestimmung des Wassers nach VI erhaltene wasserfreie Leder verwendet werden.

8. 2. Für die gesonderte Bestimmung der wasserunlöslichen Asche muß nicht unbedingt das gesamte nach der Bestimmung der auswaschbaren Stoffe nach VII zurückbleibende, ausgelaugte und getrocknete Leder verascht werden. Das zurückbleibende, lufttrockene Leder wird gemischt und gewogen, davon wird ein aliquoter Teil verascht (z. B. Vs oder V* dieser Menge, entsprechend 2,0 oder 5,0 g der Einwaage an Leder vor Bestimmung der auswaschbaren Stoffe).

8. 3. Kann trotz Glühen bei 800° C der Rückstand nicht kohlefrei erhalten werden, so wird dieser mit etwas Ammonnitrat-Lösung angefeuchtet und bis zur Kohlenfreiheit weitergeglüht. (Lösung von 10 g Ammonnitrat puriss. in 100 ml destilliertem Wasser.)

8. 4. Ist auch mit Hilfe von Ammonnitrat keine vollständige Veraschung möglich, den Tiegelinhalt mit heißem destilliertem Wasser ausziehen und durch ein aschenfreies Filter filtrieren. Den kohligen Rückstand mit dem Filterpapier veraschen, Filtrat dem Tiegelinhalt beifügen, auf dem Wasserbad eindampfen, nochmals schwach glühen, im Ex-sikkator abkühlen und wägen.

8. 5. Die Asche zur Bestimmung ihrer Bestandteile, z.B. Chromoxyd, Aluminiumoxyd, Eisenoxyd, und zur Ermittlung der Kationen von mineralischen Beschwerungsstoffen weiterverwenden.

8.6. Siliconimprägniertes Leder wird zweckmäßig vor der Aschebestimmung mit Methylenchlorid so erschöpfend wie möglich extrahiert.

IX. Bestimmung des Chromgehaltes

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1. Als Chromgehalt eines Leders bezeichnet man die in ihm enthaltene Menge an Chromverbindungen, als Chromoxid (Cr_2O_3) berechnet.

1.2. Die nachfolgende Methode ist für alle chromhaltigen Leder anwendbar.

2. Grundsätzliches

Das Chrom wird in der Lederasche bestimmt, indem das dreiwertige Chromoxid mit Hilfe von Perchlorsäure oder in der Alkalischmelze zu Chromat oxydiert und dieses jodometrisch titriert wird.

3. Reagenzien und Lösungen

3.1. für die Perchlorsäuremethode.

3.1.1. konzentrierte Schwefelsäure.

3.1. 2. 60-70%ige Perchlorsäure.

3.1. 3. 85%ige Phosphorsäure.

3.1. 4. 10%ige Kaliumjodidlösung.

3.1. 5. 1%ige Stärkelösung (frisch zubereiten).

3.1. 6. 0,1 Thiosulfatlösung.

3.1. 7. Erlenmeyerkolben 300 ml, hitzebeständig oder Kjeldahlkolben.

3.1.8. Glastrichter, Glasperlen, Siede-Steinchen.

3.2. für die Schmelzmethode.

3. 2.1. geeignetes Schmelzgemisch (siehe Anmerkung 8. 4.)

3. 2. 2. Salzsäure konzentriert (spez. Gewicht 1,18).

3. 2. 3. 10%ige Kaliumjodidlösung.

3.2. 4. 1%ige Stärkelösung (frisch zubereiten).

3. 2. 5. 0,1 n Thiosulfatlösung.

3. 2. 6. Becherglas 200-250 ml.

3. 2. 7. Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen, 300 oder 500 ml.

4.Probenahme und Vorbereitung

Die nach Vorschrift VIII erhaltene Asche verwenden.

5.Durchführung

5.1. Ausführung nach der Perchlorsäuremethode.

Die Asche von 2-5 g Leder in einen hitzebeständigen Erlenmeyerkolben von 300 ml bringen.

Mit 5 ml konzentrierter Schwefelsäure und 10 ml Perchlorsäure 60-70%ig versetzen (siehe auch Anmerkungen 8.2.) und auf dem Drahtnetz mit mäßiger Flamme zum Sieden erhitzen. Den Erlenmeyerkolben mit einem Trichter bedecken, so dass das Wasser unter Vermeidung von Spritzverlusten verdampfen kann. Sobald das Reaktionsgemisch sich nach Orange zu verfärben beginnt, Flamme klein stellen. Nach vollständigem Farbumschlag 2 Minuten schwach weitererhitzen, kurz an der Luft und nachher in kaltem Wasser rasch abkühlen und den Inhalt auf etwa 200 ml verdünnen. Um das entstandene Chlor zu vertreiben, 7-10 Minuten kochen unter Verwendung von Siede-Steinchen (Glasperlen genügen nicht, um das Stoßen zu verhüten). Nach erneutem Abkühlen 15 ml 85%ige reine Phosphorsäure zur Maskierung von vorhandenem Eisen und 20 ml 10%ige Kaliumjodidlösung zufügen. 10 Minuten im Dunkeln stehenlassen. Hierauf unter Verwendung von 5 ml

einer 1%igen Stärkelösung als Indikator mit 0,1 n Natriumthiosulfat auf hellgrün titrieren.

5.2. Ausführung nach der Schmelzmethode.

Die Asche von 2-5 g Leder mit der zwei- bis dreifachen Menge Schmelzgemisch (siehe Anmerkung 8.4.) mittels Platindraht oder dünnem Glasstab gut durchmischen. Den Tiegel auf dem Bunsenbrenner vorerst leicht, dann stark erhitzen, während etwa 30 Minuten (s. Anmerkung 8. 5.). Nach dem Abkühlen im Becherglas mit 100-150 ml kochend heißem destillierten Wasser versetzen und bis zum vollständigen Auflösen der Schmelze auf dem Wasserbad erwärmen.

Die erhaltene Lösung in Erlenmeyerkolben filtrieren, Filter mit heißem destillierten Wasser gründlich waschen. Filtrat mit Salzsäure vorerst vorsichtig neutralisieren, dann letztere im Überschuss zugeben. Auf Raumtemperatur abkühlen lassen und 20 ml 10%ige Kaliumjodid-Lösung zugeben, 10 Minuten im Dunkeln stehenlassen. Hierauf unter Verwendung von 5 ml einer 1%igen Stärkelösung als Indikator mit 0,1 n Thiosulfat auf hellgrün titrieren.

6.Auswertung

6.1. Berechnung.

1 ml 0,1 n Thiosulfat-Lösung entspricht 2,534 mg Cr_2O_3 .

ml 0,1g Thiosulfatlösung/ g Ledereinwaage x 0,2534= % Cr_2O_3 (152,02) im Leder

6.2. Fehlergrenze: Die Ergebnisse der Doppelbestimmung dürfen nicht mehr als 0,1% der Einwaage voneinander abweichen.

7.Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende PrüfVorschrift.

7. 2. Angabe über Abweichungen von der vorliegenden Vorschrift.

7. 3. Die Ergebnisse der Bestimmungen gemäß 6. (Mittelwert) auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8. Anmerkungen

8.1. Für die Bestimmung des Chromgehaltes wird die nach VIII erhaltene Asche verwendet. Da die Asche ihrerseits mit dem bei der Bestimmung des Wassers nach VI erhaltenen wasserfreien Leder ermittelt werden kann, können diese drei Bestimmungen mit einer einzigen Ledereinwaage ausgeführt werden. Dadurch wird die Fehlermöglichkeit erheblich geringer.

8. 2. Anstelle von 60-70%iger Perchlorsäure können auch ca. 5-7 g Ammonperchlorat für die Oxydation zugesetzt werden.

8. 3. Die direkte Verbrennung von Leder mittels Perchlorsäure ist wegen der akuten Explosionsgefahr zu unterlassen.

8. 4. Schmelzgemische Geeignete Schmelzgemische sind z. B

8.4.1. 6 Teile Kaliumchlorat und 5 Teile Natriumkarbonat calc.

8. 4. 2. Gleiche Teile von Natriumkarbonat calc, Kaliumkarbonat und wasserfreiem Natriumtetraborat.

8. 4. 3. 5 Teile Natriumkarbonat calc., 3 Teile Kaliumkarbonat und 2 Teile Kaliumchlorat.

8. 5. Es kann auch ein auf 800° C eingestellter Muffelofen zur Erhitzung der Schmelze verwendet werden.

X. Bestimmung von wasserlöslichen Magnesiumsalzen im Leder (Bittersalz)

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1. Als Bittersalzgehalt eines Leders bezeichnet man die aus ihm durch Extraktion mit Wasser unter bestimmten Bedingungen erhaltene Menge Magnesiumsulfat $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$

(Bittersalz).

1.2. Die nachfolgende Methode ist für alle bittersalzhaltigen Leder anwendbar.

2. Grundsätzliches

Magnesium wird in den auswaschbaren Mineralstoffen bestimmt durch komplexometrische Titration (siehe auch Anmerkung 8.4.).

3. Reagenzien und Lösungen, Geräte

3.1. Salzsäure 2 n; Ammoniak 2 n; Ammonchlorid (fest); Natronlauge 2 n; Methylorange; Natriumchlorid fest; Ammoniak 25%ig.

3.2. Pufferlösung: Ammoniak-Ammonchlorid-Puffer (siehe auch Anmerkung 8.1.).

3.3. 0,01 m Komplexon-III-Lösung (siehe auch Anmerkung 8.2.).

3.4. Indikator: Eriochromschwarz T (siehe auch Anmerkung 8.3.).

3.5. Erlenmeyerkolben 300 ml.

3.6. Meßzylinder 250 und 50 ml.

3.7. Thermometer.

4. Probenahme und Vorbereitung

Die nach Vorschrift VII, Punkt 5.4., erhaltene wasserlösliche Asche verwenden.

5. Durchführung

Die Asche im Tiegel mit wenig Salzsäure 2 n versetzen und unter schwachem Erwärmen lösen. Lösung in 300-ml-Erlenmeyerkolben gießen. Tiegel mit sehr wenig Salzsäure 2 n und etwas dest. Wasser mehrmals nachspülen, Lösung mit Ammoniak 2n oder Natronlauge 2n gegen Methylorange

neutralisieren und kurz aufkochen. Lösung im Erlenmeyerkolben mit 150 ml dest. Wasser verdünnen, 20 ml Pufferlösung hinzufügen, auf 50°C durch Abkühlen oder Erwärmen einstellen und den Indikator bis zur deutlichen Rotfärbung der Lösung zugeben.

Titration mit 0,01 m Komplexon-III-Lösung bis zum Umschlag nach reinem Blau (ohne Rotstich).

6.Auswertung

6.1. Berechnung:

1 ml 0,01 m Komplexon-III-Lösung entspricht = 0,403 mg MgO 2,465 mg $\text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$ (Bittersalz)

ml 0,01 m Komplexon-III-Lösung/ g Einwaage $\times 0,2465$ = % Bittersalz im Leder

6.2.Fehlergrenze: $\pm 0,2$ % Bittersalz; $\pm 0,03\%$ Magnesiumoxyd.

7.Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende Prüfvorschrift.

7.2. Angabe über Abweichungen von der vorliegenden Prüfvorschrift.

7.3. Die Ergebnisse der Bestimmungen gemäß 6. (Mittelwert) auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8.Anmerkungen

8.1.Herstellung des Ammoniak-Ammonchlorid-Puffers:

54 g Ammonchlorid 4- 350 ml 25%ige Ammoniak-Lösung mit dest. Wasser auf 1 Liter stellen.

8.2.Herstellung und Titerstellung der 0,01 m Komplexon-III-Lösung

8.2.1. Herstellung der Komplexon-III-Lösung Komplexon III bei 80° C einige Stunden trocknen. Hierauf die benötigte Menge von 3,722 g Komplexon III genau einwiegen und im Messkolben auf 1 Liter stellen.

Die Lösung ist nur in verschlossenen Gefäßen aus Pyrex-Glas oder Polyäthylen praktisch unbeschränkt haltbar.

8.2.2. Titerstellung der Komplexon-III-Lösung Ca. 0,16 g Zinkgrieß, chemisch rein, genau abwägen, mit 200 ml Salzsäure 2 n versetzen und auf dem Wasserbad bis zum vollständigen Lösen erwärmen. Hierauf Lösung in 250-ml-Meßkolben nach dem Abkühlen zur Marke stellen.

25 ml dieser Lösung in einen Erlenmeyerkolben pipettieren, mit 50 ml dest. Wasser verdünnen und 30 ml Ammoniak 2 n hinzufügen. Indikator Erio-chromschwarz T (siehe auch 8.3.) bis zur deutlichen Rotfärbung zugeben.

Titration mit 0,01 m Komplexon-III-Lösung bis zum Umschlag nach reinem Blau (ohne Rotstich).

8.2.3. Berechnung des Faktors der Komplexon-III-Lösung 1ml 0,01 m Komplexon-III-Lösung entspricht 0,6538 mg Zink.

Zinkeinwaage in mg/ 6,538 = a ml 0,01 m Komplexon-III-Lösung (theoretischer Wert)

b = bei der Titration gebrauchte ml der einzustellenden Komplexon-III-Lösung (experimenteller Wert)

a/b = Faktor der 0,01 m Komplexon-III-Lösung.

8.3. Verdünnung des Indikators Eriochromschwarz T 1 Teil Eriochromschwarz T mit 300 Teilen Natriumchlorid (fest) gut mischen. Indikator in festem Zustand der Lösung zusetzen.

Auf diese Art verdünnter Indikator ist unbeschränkt haltbar.

8.4. Wird die gemäß VIII erhaltene Asche für die Bestimmung des Gehaltes an Bittersalz verwendet, dann ist möglicherweise notwendig, anwesende und störende Phosphat- oder

Calcium-Ionen (oder beide zusammen) vorerst zu entfernen.

8.4.1. Entfernung von störenden Phosphat-Ionen

Die Asche im Tiegel mit 5 ml 10%iger Salzsäure versetzen und unter schwachem Erwärmen lösen. Die Lösung in ein 250-ml-Becherglas spülen und mit Wasser auf ca. 50 ml verdünnen. Hierauf 3 ml 10° folge Ammoniumchlorid-Lösung, einige Tropfen konz. Salpetersäure und einige Tropfen 10%ige Ferrichlorid-Lösung hinzufügen. Die Lösung mit Ammoniak alkalisch stellen und kochen. Der gebildete Niederschlag soll deutlich braun gefärbt sein. Ist dies nicht der Fall, dann wieder mit Salzsäure ansäuern, einige Tropfen Fernchlorid-Lösung zugeben und mit Ammoniak alkalisch stellen.

Diese Prozedur wiederholen, bis zur Bildung eines deutlich braungefärbten Niederschlages.

Die Lösung solange kochen, bis der Ammoniak-Geruch weitgehend verschwunden ist.

Die Lösung warm filtrieren und mit heißem Wasser auswaschen.

8.4.2. Entfernung von Calcium-Ionen

Die Asche im Tiegel gemäß 8.4.1. auflösen oder das Filtrat nach Entfernung der Phosphat-Ionen gemäß 8.4.1. verwenden. Die Lösung der Asche oder das Filtrat mit 3 ml 10°/oiger Ammonchlorid-Lösung 7,5 ml Klüger Ammoniak-Lösung und 2 ml 5°ioiger Ammonium-

Oxalat-Lösung versetzen.

Die Lösung zum Sieden erhitzen und hierauf in 100-ml-Messkolben nach dem Abkühlen zur Marke stellen; mischen und durch ein Faltenfilter filtrieren.

10 ml des Filtrates in ein 400-ml-Becherglas pipettieren, mit 100 ml Wasser verdünnen und das Magnesium gemäß 5. bestimmen.

XI. Bestimmung des Stickstoffs und der Hautsubstanz

1. Begriff und Anwendungsbereich

1.1. Als „Hautsubstanz“ wird die aus dem Stickstoffgehalt des Leders durch Multiplikation mit dem Faktor 5,62 errechnete Menge stickstoffhaltiger Substanzen bezeichnet.

1.2. Die nachfolgende Methode ist für alle Arten von Leder anwendbar, unter Berücksichtigung der unter 2. angeführten Grundsätze.

2.Grundsätzliches

2.1. Die Bestimmung der Hautsubstanz aufgrund des Stickstoffgehaltes beruht auf der Feststellung, dass die fett- und aschefreie Trockensubstanz der Blößen verschiedener Tiere nach Schröder und Pässler einen für bestimmte Tierarten etwas verschiedenen, jedoch praktisch konstanten Stickstoffgehalt besitzt.

2.2. Andere stickstoffhaltige Substanzen (z.B. bestimmte Fixiermittel, synthetische Gerbstoffe, kationische Fette und Farbstoffe) fälschen den Wert für die „Hautsubstanz“.

In diesem Fall ist ein Rückschluss auf die vorhandene eigentliche Hautsubstanz unzulässig.

2.3. Das Leder wird nach Kjeldahl aufgeschlossen. Das Ammoniak wird nach einer der gebräuchlichen Methoden destilliert und titrimetrisch bestimmt.

3.Apparate und Reagenzien

3.1. Kjeldahlkolben 250-300 ml.

3.2. Geeignete Destillationsapparatur.

3.3. Rauchende Schwefelsäure (7% freies SO_3) oder konz. Schwefelsäure (96%ig).

3.4. Geeigneter Katalysator (siehe Anmerkung 8.3.).

3.5. Gesättigte Lösung von boratfreier Borsäure in dest. Wasser, enthaltend auf 1 Liter 2 ml einer Mischindikator-Lösung von 0,06% Methylrot und 0,04% Methylenblau in 96%igem Alkohol.

3.6. 35%ige Natronlauge.

3.7. n/2 Schwefel- oder Salzsäure.

3.8. Phenolphthalein.

3.9. Analytische Waage.

4.Probenahme und Vorbereitung

4.1. Probenahme gemäß II

4.2. Zerkleinerung gemäß III

5.Durchführung

5.1. 3 g des zerkleinerten Leders, bei reinem Chromleder 2 g, in einem Wägegläschen auf 0,001 g genau abwägen und durch leichtes Klopfen auf dem Boden des Gläschens

quantitativ in den Kjeldahl-Kolben bringen (siehe Anmerkung 8.2.).

5.2. 30 ml konzentrierte Schwefelsäure und ca. 5 g des Katalysatorgemisches zufügen. Zunächst mit kleiner, später mit stärkerer Flamme zum Sieden erhitzen, bis keine weitere

Aufhellung der Lösung mehr eintritt (Katalysator: siehe Anmerkung 8.3.).

5.3. Den Aufschluss nach dem Abkühlen mit ca. 50 ml dest. Wasser verdünnen, abkühlen und in den Destillierkolben überführen.

Den Kjeldahlkolben zweimal mit je ca. 20 ml dest. Wasser nachspülen. Den Destillierkolbeninhalt mit weiteren ca. 80 ml dest. Wasser verdünnen, mit einigen Tropfen Phenolphthalein versetzen und mit ca. 70 ml 35%iger Natronlauge alkalisch stellen.

5.4. Das Ammoniak mit Wasserdampf in eine Vorlage destillieren, die mit 100 ml indikatorhaltiger, gesättigter Borsäurelösung beschickt ist. Das Kühlrohr in die Borsäure

eintauchen. Das überdestillierende Ammoniak färbt den Indikator grün.

Destillieren, bis 150-200 ml Destillat vorhanden sind. Vor Beendigung der Destillation die Vorlage tiefer stellen, so dass das Kühlrohr nicht mehr eintaucht. Ca. 3 min weiter destillieren, das Ende des Kühlers mit dest. Wasser abspülen.

5.5. Das Ammoniak mit n/2 Schwefel- oder Salzsäure titrieren, bis zur ersten bleibenden, ganz schwachen Rosafärbung

6. Auswertung

6.1. Stickstoffgehalt in % = $a/e \times 0,7$

a = bei der Titration verbrauchte ml n/2 Säure,

e = Ledereinwaage in g.

6.2. Fehlergrenze: Bei einer Doppelbestimmung dürfen die Ergebnisse um nicht mehr als 0,1% Stickstoff voneinander abweichen.

6.3. Hautsubstanz in % = % Stickstoff mal 5,62.

7. Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende Prüfvorschrift.

7.2. Angabe über Abweichungen von der vorliegenden Prüfvorschrift.

7.3. Die Ergebnisse der Bestimmungen gemäß 6, umgerechnet als „Hautsubstanz“ (Mittelwert) auf eine Stelle nach dem Komma auf- oder abgerundet.

8. Anmerkungen

8.1. Bei der vorgeschriebenen Einwaage und Verwendung von n/2 Säure für die Titration ist deren Endpunkt sehr deutlich und scharf.

8.2. Die Bestimmung kann auch mit 0,5 g Leder, 15-20 ml konzentrierter Schwefelsäure und

Katalysator vorgenommen werden. Die Titration des Ammoniaks erfolgt dann mit

n/10 Säure.

8.3. Als Katalysator können alle geeigneten Gemische, die zu einer wesentlichen Abkürzung der Aufschlusszeit beitragen, verwendet werden.

Als Beispiele solcher Gemische seien erwähnt:

8.3.1. 100 mg $\text{CuSO}_4 \times 7 \text{ H}_2\text{O}$

6-8 g K_2SO_4 wasserfrei.

8.3.2. 10 g Selen 25 g CuSO_4 wasserfrei 350 g K_2SO_4 wasserfrei.

Diesen Katalysator auf Vorrat herstellen (am besten durch Mischen in der Kugelmühle) und davon ca. 5 g zugeben.

8.3.3. Selenreaktionsgemisch nach Wieninger (Merck)

8.4. Die Reinheit der verwendeten Chemikalien ist zu prüfen durch Ausführung eines Blindversuches mit reinem Rohrzucker.

XII. Bestimmung von pH-Wert und Differenzzahl eines wässrigen Lederauszeuges

1. Begriff

1.1. Der pH-Wert ist ein Maß für die Wasserstoffionenkonzentration (und zugleich für die Konzentration an Hydroxylionen) einer wässrigen Lösung.

1.2. Die Differenzzahl ist der Unterschied zwischen dem pH-Wert einer Lösung und ihrer zehnfachen Verdünnung. Sie ist ein Maß für die Stärke von Säuren und Basen. Die

Differenzzahl kann den Wert 1 nie überschreiten.

Beträgt die Differenzzahl 0,7 bis 1,0, so enthält eine Lösung freie starke Säure, bzw. freie starke Base. Da der Dissoziationsgrad schwacher Säuren und Basen mit steigender Verdünnung zunimmt, gilt die Differenzzahl als Kriterium für die Anwesenheit freier starker Säure oder Base nur für wässrige Auszüge mit einem pH-Wert unter 4 oder über 10.

2. Anwendungsbereich

Diese Richtlinie gilt für sämtliche Lederarten in allen Verarbeitungsstadien. pH-Wert und Differenzzahl beziehen sich auf den mit der 20fachen Menge destillierten Wassers hergestellten Lederauszug.

3. Grundsätzliches

3.1. Das Leder enthält stets gewisse Mengen von Säure, seltener von Alkali, welche die pH-Verhältnisse im Leder bedingen.

3.2. Freie starke Säuren oder Alkalien können im Laufe der Zeit zu einer Schädigung des Leders und des mit diesem zusammen verarbeiteten Materials führen.

Als Maß für die Säure- oder Alkaliverhältnisse im Leder dienen pH-Wert des wässrigen Lederauszeuges und Differenzzahl desselben. Beide sind abhängig von Menge und Stärke der im Leder enthaltenen Säure oder Base und von der Anwesenheit puffernder Salze. Liegt der pH-Wert des Auszeuges unter 4 oder über 10, so ist die Differenzzahl

-groß bei Anwesenheit starker Säure oder Base und Abwesenheit puffernder Salze;

-klein bei Anwesenheit starker Säure oder Base und erheblicher Mengen puffernder Salze oder bei Anwesenheit schwacher Säure oder Base, unabhängig vom Vorhandensein puffernder Salze.

3.3. Bei der Herstellung des wässrigen Auszeuges stellt sich je nach Art und Zerkleinerungsgrad des Leders mehr oder weniger rasch ein Gleichgewicht ein zwischen im Probematerial verbleibender und in Lösung gehender Säure oder Base. Das Ausziehen schlecht benetzbarer Leder kann bei der pH-Bestimmung Schwierigkeiten bereiten.

3.4. pH-Wert und Differenzzahl des wässrigen Auszeuges werden berücksichtigt bei der Entscheidung, ob ein Leder gefährliche Mengen freier starker Säure oder Base enthält,

weshalb die beiden Kennzahlen, namentlich in Grenzfällen, mit genügender Genauigkeit zu bestimmen sind.

3.5. Diese Prüfvorschrift bezweckt die reproduzierbare und hinreichend genaue Bestimmung des pH-Wertes eines wässrigen Lederauszeuges und seiner Differenzzahl.

4.Apparate und Reagenzien

4.1. Geeigneter Schüttelapparat mit einer Geschwindigkeit von 50 ± 10 Touren pro min eingestellt.

4.2. pH-Messgerät mit Glaselektrode.

4.2.1. pH-Messapparat für Betriebsanforderungen: Messbereich 0-14 pH, Genauigkeit 0,1 pH, Ablesegenauigkeit 0,05 pH (Skalenteilung 0,1 pH), oder Apparate mit höherer Genauigkeit.

4.2.2. Messkette: Glaselektrode mit separater oder eingebauter Bezugselektrode (kombinierte Glaselektrode) geeicht mit Pufferlösungen bekannter pH-Werte (siehe Anmerkung 8.1.).

4.3. Waage mit einer Empfindlichkeit von 0,05 g.

4.4. Polyäthylen-Weithalsflasche 200 ml, mit Polyäthylenverschluss oder Glasflasche mit Schliffstopfen aus alkaliarmem Geräteglas (siehe auch Anmerkungen 8.2. und 8.3.).

4.5. Messzylinder 100 ml mit Teilung 1 ml (siehe Anmerkung 8.3.).

4.6. Meßkolben 100 ml, Normalpräzision (siehe Anmerkung 8.3.).

4.7. Vollpipette 10 ml, Normalpräzision (siehe Anmerkung 8.3.).

4.8. Destilliertes Wasser (siehe Anmerkung 8.4.).

4.8.1. Reinheitsanforderung: pH-Wert zwischen 6,0 und 7,0 und spezifische Leitfähigkeit nicht größer als $2 \times 10^{-6} \text{ Ohm}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ bei 20° C, entsprechend ASTM Standards 1958, Part 7, E 70-52 T „Tentative Method for determination of pH of aqueous Solutions with the glass electrode,,“.

4.8.2. Herstellung:

a) Bidestillat in geeigneter Apparatur.

b) In alkaliarmem Geräteglas frisch ausgekochtes,einfach destilliertes Wasser (siehe auch Anmerkung 8.3.).

4.8.3. Mit Austauschern entsalztes Wasser kann verwendet werden, wenn es die Reinheitsforderung sub. 4.8.1. erfüllt.

4.9.Pufferlösungen zum Eichen der Meßkette (siehe auch Anmerkungen 8.5.).

5.Probenahme und Vorbereitung

5.1. Probenahme gemäß II.

5.2. Zerkleinerung gemäß III (siehe auch Anmerkungen 8.6.).

6.Durchführung

6.1. Herstellung des Auszuges und pH-Bestimmung bei $20^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{ C}$ durchführen.

6.2. $5 \pm 0,1 \text{ g}$ zerkleinertes Material mit 100 ml destilliertem Wasser in der Polyäthylenflasche (Glasflasche) zunächst von Hand ca. 30 sec intensiv schütteln, damit sich das Lederpulver gleichmäßig benetzt. Sodann im Schüttelapparat während 16 bis 24 Stunden maschinell schütteln.

6.3. Den pH-Wert des nicht filtrierten Originalauszuges bestimmen. Liegt der pH-Wert unter 4 oder über 10, so wird die Differenzzahl ermittelt (siehe Anmerkungen 8.8.).

6.4. Zur Bestimmung der Differenzzahl 10 ml (Vollpipette) des dekantierten Originalauszuges mit destilliertem Wasser auf 100 ml (Meßkolben) verdünnen. Die Messkette mit ca.20 ml dieser verdünnten Lösung abspülen und darauf den

pH-Wert messen.

6.5. pH-Werte von Originalauszug und Verdünnung möglichst auf 0,01-0,02 pH genau ablesen, nachdem sich am Anzeigement ein konstanter Wert eingestellt hat.

7.Prüfbericht

Dieser soll enthalten:

7.1. Einen Hinweis auf die vorliegende Prüfvorschrift.

7.2. Angaben über Abweichungen von den vorgeschriebenen Prüfbedingungen.

7.3. Einen Hinweis auf eine durch den Auszug bedingte instabile pH-Anzeige, die eine eindeutige Angabe von pH-Wert oder Differenzzahl nicht erlaubt.

7.4. Angabe der Mittelwerte der Einzelbestimmungen von pH-Wert und, sofern dieser unter 4 oder

über 10 liegt, der Differenzzahl, auf 0,05 pH-Einheiten genau. Dabei ist

z. B. von 4,38-4,42 auf 4,40, von 4,43-4,47 auf 4,45 abzurunden.

8. Anmerkungen

8.1. Glaselektrode und Eichung, Reinigung der Glaselektrode

8.1.1. Geeignet sind Glaselektroden mit kugel- oder zylinderförmiger Membran. Zu empfehlen sind Glaselektroden universeller Anwendbarkeit im gesamten pH-Bereich von 0-14, deren Alkalifehler erst bei einem pH-Wert über 12,5 zu berücksichtigen sind.

8.1.2. Für pH-Messungen mittels Glaselektrodenkette ist stets eine Eichung der Meßelektrode durch Lösungen bekannter pH-Werte, sogenannter Pufferlösungen (siehe auch Anmerkungen 8.5.), notwendig. Die Messgenauigkeit ist um so höher, je kleiner der pH-Unterschied zwischen Messwert und Eichpunkt ist. Dieser soll möglichst nicht mehr als ± 2 pH vom Messwert entfernt sein. In der Regel genügt die Eichung mit einer Pufferlösung. Von Zeit zu Zeit soll die Glaselektrode durch Messung mit zwei verschiedenen Puffern kontrolliert werden.

8.1.3. Wasserige Auszüge stark gefetteter Leder können mit der Zeit die Elektrodenmembran etwas besdomutzen. In einem solchen Fall ist es von Vorteil, die Membran mit einem mit Aceton getränkten Wattebausch leicht abzureiben oder die Elektrode in eine Wasser-Aceton- Mischung 1:1 einzuhängen. Nach der Reinigung mit Aceton ist die Elektrodenmembran wieder gründlich zu wässern.

8.2. Die zum Ausschütteln verwendeten Flaschen sollen mindestens das doppelte Volumen des zur Extrakterstellung abgemessenen Wassers fassen, damit genügend freier Raum für die Schüttelbewegung des Flascheninhaltes vorhanden ist.

8.3. Alkaliarmes Geräteglas

Sämtliche Glasgeräte sollen aus alkaliarmem Geräteglas hergestellt sein und eine hydrolytische Widerstandsfähigkeit besitzen, welche für die Sonderbedürfnisse der pH-Messung genügend ist.

Es empfiehlt sich, die Gerätschaften vor Inbetriebnahme sorgfältig auf ihre Eignung zu prüfen mittels Blindversuch unter Verwendung von dest. Wasser. Vor und nach dem Versuch prüfe man den pH-Wert und die Leitfähigkeit.

8.4. Vorratshaltung an destilliertem Wasser

Will man einen Vorrat an destilliertem Wasser halten, so empfiehlt sich hierfür z. B. eine 10-Liter-Stutzenflasche aus Polyäthylen mit Ablaufhahn aus Nylon oder PVC und Stopfenverschluss aus Polyäthylen, welcher durchbohrt und mit einem Natronkalkrohr verbunden ist. Der pH-Wert des Wassers ist unter Kontrolle zu halten.

8.5. Eichpuffer-Lösungen

8.5.1. Standard-Puffer nach ASTM Standards 1958, Part 7, E 70-52 T, bzw. ISO/TC 38/WG 5:

Standard I: 0,05 M Kaliumhydrogenphthalat, pH $4,00 \pm 0,02$ 20° C.

Standard II: 0,01 M Dinatriumtetraborat, pH $9,22 \pm 0,02$ 20° C.

8.5.2. Eichpufferlösungen sind käuflich in messfertiger oder konzentrierter Form. Sie können auch

selbst hergestellt werden.

8.5.3. Rezepte für Pufferlösungen:

pH 2,06/18° C:

In 1000 ml 0,01 n HCl 6,71 g KCl purissimum zur Analyse lösen (Bezugslösung nach Veibel).

pH 4,00 ± 0,02/20° C:

10,21 g/Liter Kaliumhydrogenphthalat nach Cläre und Lubs (Standard I).

pH 7,00 ± 0,02/20° C:

3,522 g Kaliumdihydrogenphosphat, KH_2PO_4 und 7,268 g Dinatriumhydrogenphosphat $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$ in dest. Wasser kalt lösen und auf 1 Liter auffüllen (Phosphatpuffer pH 7,00).

pH 9,22 ± 0,02/20° C:

3,81 g/Liter Dinatriumtetraborat, 10 H_2O (Standard II).

Reinheitsanforderungen an die Chemikalien: nach Clark und Lubs, bzw. nach Sörensen. Weitere Pufferlösungen:

- ASTM Standards 1958, Part 7, E 70-52 T.
- Chemikerzeitung 64 (1940), 105.
- Küster IThiell Fischbeck, Logarithmische Rechentafeln, 65-67. Auflage, Berlin, de Gruyter & Co.

8.5.4. Je nach ihrer Zusammensetzung und der Arbeitsweise bei ihrer Anwendung sind Pufferlösungen mehr oder weniger lang haltbar. Eine Kontrolle der Pufferlösungen auf ihre Genauigkeit ist daher unerlässlich. Zweckmäßig werden hierzu frisch hergestellte Puffer

lösungen verwendet, wobei die eine auf den Sollwert des zu kontrollierenden Puffers zu stellen ist. Man beachte: Pufferfehler übertragen sich auf das Messergebnis!

8.5.5. Gebrauchte Pufferlösungen nie in die Vorratslösung zurückgeben, sondern entweder weggießen oder in kleiner Flasche für mehrmalige Verwendung aufbewahren.

8.6. Für Kontrollprüfungen im Betrieb können pH-Wert und Differenzzahl auch von feuchtem Leder bestimmt werden. Hierfür kann das Material nicht gemahlen, sondern es

muss in geeigneter Weise (stanzen oder schneiden) zerkleinert werden. Dem Wassergehalt des feuchten Leders entsprechend muss für die Herstellung des wässrigen Auszuges eine größere Ledermenge eingewogen werden.

8.7. Wenn der Auszug qualitativ auf Chloride geprüft werden soll, so ist hierfür vor Durchführung der pH-Bestimmung eine kleine Menge Probelösung abzuzweigen. dasselbe gilt für eine eventuelle Leitfähigkeitsmessung.

8.8. Bei Auszügen mit einem pH-Wert zwischen 4 und 10 ist in manchen Fällen der pH-Wert allein unzureichend für die Beurteilung der Säure- oder Alkaliverhältnisse des Leders.

In derartigen Fällen, insbesondere bei schwach alkalischen Auszügen, ist die Durchführung einer potentiometrischen Titration des Auszuges für die Berechnung der Pufferkapazität zu empfehlen.

Ergänzungen

Die Kommission des VGCT für die Chemische Lederanalyse hat ihre Entwürfe einer Neufassung der Vorschriften für die wichtigsten Methoden der chemischen Lederanalyse in der Zeitschrift „Das Leder“ 1963, S. 95, 150, 167 und 200, veröffentlicht, zur Diskussion gestellt und gebeten, dem Vorsitzenden der Kommission etwaige Einwände bis zum 31.12. 1963 mitzuteilen. Nachdem Einwände nicht erhoben wurden, hat die Kommission beim Vorsitzenden des VGCT den Antrag gestellt, die vorgelegte Ausarbeitung auf der Hauptversammlung 1964 in Münster als offizielle Methode für den Bereich des VGCT für verbindlich erklären zu lassen.

Inzwischen hat auch die Internationale Kommission für die Chemische Lederanalyse nach längerer Pause anlässlich der Unionstagung in Scheveningen wieder getagt, erneut den „Wortlaut der künftigen internationalen Vorschriften diskutiert und sich im wesentlichen - von einigen Änderungen redaktioneller Art abgesehen - unseren Vorschlägen angeschlossen. Nur in wenigen Punkten wurden sachliche Änderungen angenommen, und nachdem inzwischen auch die Mitglieder der deutschen Kommission keine Einwendungen hiergegen erhoben haben, sollen sie nachstehend noch veröffentlicht und damit auch in unseren Antrag an die Hauptversammlung des VGCT miteingeschlossen werden.

Zu I. Allgemeine Bemerkungen

Der Text wird noch durch eine Definition der rechnerisch erhaltenen „Werte, das heißt der Begriffe der gebundenen organischen Stoffe, der Ledersubstanz und der Durchgerbungszahl ergänzt. Dazu wird unter 5a der nachfolgende Text eingeschaltet:

5a. Analysenergebnisse im Rahmen einer vollständigen Lederanalyse

Die Analysenergebnisse im Rahmen einer vollständigen Lederanalyse bestehen aus einem analytisch ermittelten und aus einem berechneten Anteil.

5a.1. Analytisch ermittelte Ergebnisse

5a.I. 1. Wasser gemäß VI

5a.I. 2. Mit Methylenchlorid extrahierbare Stoffe (Fette und andere lösliche Stoffe) gemäß IV

5a.I. 3. Gesamtasche sulfatiert gemäß VIII

5a.l. 4. Wasserunlösliche Asche sulfatiert gemäß VIII

5a. 1. 5. Gesamtauswaschverlust gemäß VII

5a. 1. 6. Auswaschbare Asche sulfatiert gemäß VII

5a. 1. 7. Auswaschbare organische Stoffe gemäß VII

5a.l. 8. Chromsalze gemäß IX

5a. 1. 9. Wasserlösliche Magnesiumsalze gemäß X

5a. 1.10. Hautsubstanz gemäß XI

5a.1.11. pH-Wert des wässrigen Lederausguges und Differenzzahl gemäß XII

5a.2. Berechnete Ergebnisse

5a.2. 1. Gehalt an gebundenen organischen Stoffen berechnet in Prozent als Differenz zu 100 von der Summe der Prozentgehalte an Hautsubstanz + auswaschbaren organischen Stoffen + Gesamtasche + mit Methylenchlorid extrahierbaren Stoffen + Wasser

5a.2. 2. Ledersubstanz berechnet in Prozenten als Summe %> Hautsubstanz + Vo gebundene organische Stoffe

5a.2. 3. Durchgerbungszahl Unter Durchgerbungszahl versteht man die Menge gebundener organischer Stoffe, die an 100% Hautsubstanz gebunden ist: Durchgerbungszahl = % gebundene organische Stoffe %o Hautsubstanz

Zu IV. Bestimmung der durch Methylenchlorid (Petrol äther) extrahierbaren Stoffe

Die Internationale Kommission hat beschlossen, entgegen ihren bisherigen Vorschlägen, bei denen zwar Methylenchlorid als Extraktionsmittel an die erste Stelle gesetzt, gleichzeitig aber auch Petroläther noch mit zugelassen wurde, nunmehr ausschließlich Methylenchlorid vorzusehen, da das Arbeiten mit Petroläther, eben weil es sich hier um eine nicht definierte Substanz handelt, zu erheblich schwankenden Ergebnissen führen kann. Da die Vertreter der meisten Länder mitteilten, dass sie ihrerseits ausschließlich zu Methylenchlorid übergehen wollten oder bereits übergegangen seien, wird unter IV alles gestrichen, was sich auf Petroläther bezieht.

Zu VII. Bestimmung der auswaschbaren organischen und anorganischen Stoffe im Leder (Auswaschverlust)

1. Bei den „Apparaten und Reagenzien“ ist unter 3.3. die Bezeichnung „Ausgussmesskolben“ einzusetzen.

2. Da nicht in allen Ländern eine Extraktionstemperatur von $20 \pm 2^\circ \text{C}$ eingehalten werden kann, auf eine internationale Einheitlichkeit aber unbedingt Wert gelegt wird, wird die

Temperatur unter 4.4. mit $22,5^\circ \pm 2,5^\circ \text{C}$ festgelegt.

3. Die Ausführungen unter 6.3. werden durch folgende Ausführungen ergänzt:

Bei mehr als 4% Bittersalz ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) wird je % $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,07% von den auswaschbaren organischen Stoffen abgezogen.

Das ist nötig, weil beim Trocknen bei $102^\circ \pm 2^\circ \text{C}$ 1 Mol Wasser an MgSO_4 gebunden bleibt. Bei geringen Bittersalzmengen hat diese Tatsache keinen nennenswerten Einfluß, bei größeren Bittersalzmengen kann der Einfluss erheblich sein und der Gehalt an-auswaschbaren organischen Stoffen zu hoch ermittelt werden.

Zu VIII. Bestimmung der Asche

In der bisherigen Vorschrift ist unter 5.1. vorgeschrieben, dass die zu veraschende Probe zunächst mit kleiner Flamme vorsichtig verkohlt, anschließend mit Schwefelsäure befeuchtet und über kleiner Flamme abgeraucht wird, um zu vermeiden, dass sich Chloride durch zu starkes vorheriges Glühen in größeren Mengen verflüchten. Erst wenn die Umwandlung in Sulfate erfolgt ist, wird im Glühofen vollständig verascht. Da bei diesem „Fertigveraschen“, durch die anwesende Kohle eine gewisse Reduktion der Sulfate eintreten kann, ist der vorletzte Satz unter 5.1. dahin zu ergänzen, dass im Anschluss daran „nochmals mit wenig Schwefelsäure befeuchtet und erneut geglüht wird“, um mit Gewissheit alle Asche als Sulfatasche vorliegen zu haben. Erst dann wird im Exsikkator abgekühlt und gewogen.

Zu IX. Bestimmung des Chromgehaltes

In England und den USA wird häufig bei der jodometrischen Bestimmung des Chroms nicht mit Kaliumjodidlösung und mit Stärkelösung gearbeitet, sondern das Kaliumjodid wird in Form einer entsprechenden Anzahl von 1-g-Tabletten der Lösung direkt zugesetzt und die Stärke als kaltlösliches Stärkepulver ebenfalls der Lösung direkt zugegeben. Da dadurch eine Arbeitserleichterung und Vereinfachung in der Vorratshaltung der Lösungen erreicht wird, soll ein entsprechender Hinweis unter den „Anmerkungen“, aufgenommen werden. In Deutschland ist lösliche Stärke (nach Zulkowsky)

im Reagenzienhandel erhältlich, für Kaliumjodidtabletten haben wir allerdings bisher keine Lieferfirma gefunden.

Zu XI Bestimmung des Stickstoffs und der Hautsubstanz

Man braucht nicht unbedingt mit einer mit Mischindikator versetzten gesättigten Borsäurelösung (unter 3,5) zu arbeiten und dann bis zum Umschlag zur ersten bleibenden ganz schwachen Rosafärbung zu titrieren (unter 5,5), sondern kann auch potentiometrisch ohne Indikator auf pH 4,6 titrieren. Auch auf diese Möglichkeit soll bei den „Anmerkungen“ hingewiesen werden.

Kategorien:

[Alle-Seiten](#), [Gesamt](#), [Lederpruefung](#), [Sonderdrucke](#)

Quellenangabe:

[Quellenangabe zum Inhalt](#)

Zitierpflicht und Verwendung / kommerzielle Nutzung

Bei der Verwendung von Inhalten aus [Lederpedia.de](#) besteht eine Zitierpflicht gemäß Lizenz [CC Attribution-Share Alike 4.0 International](#). Informationen dazu finden Sie hier [Zitierpflicht bei Verwendung von Inhalten aus Lederpedia.de](#). Für die kommerzielle Nutzung von Inhalten aus [Lederpedia.de](#) muss zuvor eine schriftliche Zustimmung ([Anfrage via Kontaktformular](#)) zwingend erfolgen.

[www.Lederpedia.de](#) - Lederpedia - Lederwiki - Lederlexikon

Eine freie Enzyklopädie und Informationsseite über Leder, Ledertechnik, Lederbegriffe, Lederpflege, Lederreinigung, Lederverarbeitung, Lederherstellung und Ledertechnologie

From:
<https://www.lederpedia.de/> - Lederpedia - Lederwiki - Lederlexikon

Permanent link:
https://www.lederpedia.de/veroeffentlichungen/sonderdrucke/44_vorschlaege_fuer_neue_vorschriften_fuer_die_chemische_lederanalyse_aus_dem_jahre_1963

Last update: 2019/04/28 19:19

