

Bestimmung des Fettgehaltes im Leder

Der Fettgehalt der Leder

Die native Haut wird durch den hohen Wassergehalt (etwa 65 %) weich und geschmeidig gehalten. Da Leder aber in getrocknetem Zustand verwendet werden (Wassergehalt etwa 12 bis 15 %), muss eine Fettung erfolgen, die je nach Auswahl und Anwendungsmenge des Fettstoffes und seiner Verteilung im Leder unterschiedliche Effekte ergibt. Die Fettung während der Lederherstellung wird überwiegend über die Licker in wässriger Flotte vorgenommen. Dabei handelt es sich um emulgierfähige Systeme aus Emulgatoren und emulgierten Fettsubstanzen auf der Basis natürlicher oder heute mit zunehmendem Anteil synthetischer Fette. Bei der Fettung lagern sich die Lickerprodukte vorwiegend in den Außenschichten des Leders ab. Da bei der Fettbestimmung die erhaltene Masse auf das Leder in seiner gesamten Dicke bezogen wird, muss davon ausgegangen werden, dass der Fettgehalt in den äußeren Bereichen höher ist. Dies spielt vor allen Dingen bei der Verarbeitung von Leder bei Verklebungen eine Rolle, wobei die Auswahl der Klebstofftypen nach dem Gesamtfettgehalt getroffen wird.

Naturfettanteil - Naturfett in Tierhäuten

In den verschiedenen Häuten und Fellen sind unterschiedliche Mengen an Naturfetten vorhanden:

- Rindhäute 0,5 bis 2 % (-15 % bei Extremmast)
- Ziegen 3 bis 10 %
- Schaffelle bis zu 30 % usw.

Die Verteilung dieser Fette ist meist nicht gleichmäßig, d. h. in bestimmten Bereichen der Hautfläche können deutliche Anreicherungen vorliegen. Die Hautfettstoffe stellen bei den meisten Tierarten talgartige, bei Normaltemperatur harte Fette dar. Sie müssen im Rahmen der Lederherstellung entweder aus den genannten Zonen mit besonders hohem Fettgehalt über die gesamte Hautfläche verteilt oder aus dem Leder ganz entfernt werden, da sonst die Gefahr von später lokal auftretenden Fettausschlägen besteht.

Bestimmung des Gehaltes an durch Dichlormethan extrahierbaren Bestandteilen

Die Methode DIN 53306 stimmt sachlich mit dem Verfahren IUC 4 überein. Mit diesem für jede Lederart anwendbaren Verfahren werden alle im Leder vorhandenen in Dichlormethan löslichen Substanzen bestimmt, wie z. B. Fettstoffe, evtl. vorhandene Hydrophobierungs- und Imprägnierungsmittel, Zuricht- und Farbstoffanteile usw. Mit Dichlormethan können nicht sämtliche Fettstoffe extrahiert werden, da sie zum Teil darin nicht löslich oder an die Ledersubstanz gebunden sind. Gelöster Schwefel stört die Bestimmungen der Säurezahl und der Verseifungszahl. Der im Extrakt vorhandene Schwefel muss daher zuvor entfernt werden.

Durchführung:

Es sind mindestens zwei Bestimmungen durchzuführen. Aus den zerkleinerten Proben wird eine Einwaage von etwa 10g auf 0,001 g gewogen. Danach erfolgt die quantitative Überführung in eine Extraktionshülse nach DIN 12449 oder eine Glasfilterglocke. Diese Filterglocke wird hergestellt aus einem Glasrohr mit dem Durchmesser von 35 mm und einer Länge von 120 mm x 20 mm. Über dem unteren Rohrende wird eine Glasfritte G 2 eingeschweißt. Das Ledermehl der Probe darf nur locker in die Hülse oder die Filterglocke eingegeben werden, so dass ein gleichmäßiges Durchdringen des Lösungsmittels ermöglicht wird. Um ein Herausschwemmen von Lederbestandteilen zu vermeiden, wird die Probe oben mit etwas Watte abgedeckt. Glasfilterglocken empfehlen sich immer dann, wenn nach der Extraktion das Leder quantitativ weiteren Bestimmungen zugeführt werden muss. Zur gleichen Zeit wird eine Einwaage zur Bestimmung des Wassergehaltes vorgenommen.

Der Glasstehkolben (250 ml) wird mit zwei Glasperlen versehen und bei $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und nach dem Abkühlen auf 0,001 g zur Bestimmung des Leergewichtes gewogen. Im Normalfall werden Kurzhals-Stehkolben verwendet. Wenn es bei stärker hydrophobierten Ledern zu einem Schäumen des Kolbeninhalts während der Bestimmung kommt, ist der Versuch neu anzusetzen und zwar unter Verwendung eines Kolbens mit einem etwas längeren Hals, der dann durch eine Heizmanschette oder einen Fön so stark erwärmt werden kann, dass die Schaumblasen noch im Kolbeninnern zerstört werden. Die mit der Probe versehene Extraktionshülse oder Glasfilterglocke wird in das Soxhlet-Gerät nach DIN 12602 eingesetzt. Es ist darauf zu achten, dass das Rohr für die Abhebevorrichtung am Soxhlet die obere Kante der Hülse oder Glasfilterglocke um 10 bis 15 mm überragt. Es wird so viel Dichlormethan (Siedepunkt 38 bis 41 °C, frisch dest.) eingegeben, dass bei voll gefülltem Soxhlet kurz vor dem Abhebern noch so viel Dichlormethan im Kolben bleibt, dass die Destillation gleichmäßig weiterläuft (insgesamt etwa 150 ml Dichlormethan). Auf dem Wasserbad oder einer Wärmeplatte wird das Lösungsmittel bis zum Sieden erhitzt. Es wird bis zu mindestens 30 Lösungsmittelabhebungen im Soxhlet-Gerät extrahiert (etwa 4 bis 5 Stunden) und danach das Dichlormethan abdestilliert. Der Stehkolben mit dem Extrakt wird vier Stunden lang im Wärmeschrank bei $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ getrocknet. Wenn Wassertropfen sichtbar werden, gibt man 1 bis 2ml Äthanol hinzu und trocknet danach weiter. Nach 30minütigem Stehen im Exsikator wird der abgekühlte Stehkolben auf 0,001 g gewogen. Danach nochmals eine Stunde lang im Wärmeschrank getrocknet, wie zuvor abgekühlt und wiederum zur Bestimmung des Gewichtes des Kolbens mit Extrakt erneut gewogen. Ist die Gewichtsabnahme zwischen den beiden Wägungen größer als 0,01 g, so wird das Trocknen fortgesetzt, bis die erneute Gewichtsabnahme unter dieser Begrenzung liegt, höchstens aber insgesamt acht Stunden. Das abdestillierte Dichlormethan, das nach der Norm wieder verwendet werden kann, wird in einer dunklen Flasche über Calciumoxid aufbewahrt. Die Auswertung zur Bestimmung des Gehaltes an durch Dichlormethan extrahierbaren Stoffen in Gewichtsprozent, bezogen auf die Einwaage, wird wie folgt errechnet:

Berechnung:

$$\text{extrahierbare Stoffe} = \frac{\{\text{g Stehkolbengew. mit Extrakt} - \text{g Leergew.}\}}{\{\text{g Einwaage}\}} \cdot 100$$

Die Umrechnung auf Trockensubstanz erfolgt wie üblich. Der Dichlormethan-Extrakt kann zur Bestimmung, z. B. Säure- und Verseifungszahl der Fettstoffe, verwendet werden. Schwefel, der an einer gelben Ausscheidung im Extraktionskolben zu erkennen ist, muss zuvor entfernt werden. Dazu wird der Extrakt mit möglichst wenig Diäthyläther gelöst und quantitativ durch wenig Watte in einen

kleinen vorgewogenen Rundkolben abfiltriert. Nach gründlichem Auswaschen des Wattefilters mit Diäthyläther wird dieser wieder abdestilliert. Scheidet sich dabei erneut Schwefel aus, so ist das Verfahren zu wiederholen. Nach dem Abdestillieren des Diäthyläthers, dem Trocknen des Rückstandes und dem Abkühlen wird der Kolben gewogen. Falls die Ergebnisse der Doppelbestimmung um mehr als 0,2 Gewichtsprozent, bezogen auf die Einwaage, voneinander abweichen, sind die Bestimmungen an zwei neuen Proben zu wiederholen.

Die Extraktion eines Leders mit einem Lösungsmittel oder einem Lösungsmittelgemisch führt immer zum Herauslösen einer Summe von Substanzen in Abhängigkeit von den Eigenschaften des verwendeten Lösungsmittels. Es ist bekannt und mit vielen Versuchen belegt, dass die Masse und die Zusammensetzung der erhaltenen Extrakte von dem verwendeten Lösungsmittel und vor allen Dingen von seiner Polarität abhängt.

Der früher zur Fettbestimmung im Leder verwendete Petroläther brachte in den verschiedenen Siedefractionen - 50 bis 80 °C - und - keine über 75 °C siedenden Bestandteile - zwar die geringste Extraktionsmasse, die Zusammensetzung des Extraktes beschränkte sich aber im wesentlichen auf eigentlich fettende Substanzen. Die Umstellung verschiedener Vorschriften auf Dichlormethan wurde vorgenommen, da der Petroläther keine einheitliche chemische Substanz, sondern, wie angegeben, nur eine Siedefraktion darstellt. Auch die Brennbarkeit des Petroläthers dürfte eine Rolle gespielt haben. Mit dem Einsatz des Dichlormethans traten aber Schwierigkeiten dadurch auf, dass jetzt in verstärktem Maße andere, nicht fettende Substanzen zusätzlich herausgelöst wurden, wobei neben den Anteilen an Farbstoffen vor allem Bestandteile der Zuricht-Bindemittel zu nennen sind. Die Dichlormethanextrakte gefärbter und mit gefärbten Zurichtungen versehener Leder sind meist deutlich farbig. Bei der Untersuchung dünner Leder, die für den vorbestimmten Verwendungszweck mit dickeren Zurichtungen versehen werden, ist es daher üblich geworden, bei der - Fettbestimmung - Petroläther als Extraktionsmittel vorzuschreiben.

Da auch mit Dichlormethan nur bestimmte Anteile der zur Lederfettung eingesetzten Produkte, die aus den Emulgatoren und der emulgierbaren Substanz bestehen, herausgelöst werden können, liegen viele Versuche für den Einsatz weiterer Lösungsmittel vor. Dazu kam, dass die Vorschrift zur Bestimmung - gebundener Fette - durch die verstärkte Verwendung von synthetischen Fettstoffen ganz zurückgezogen wurde. Der Einsatz eines Gemisches von Methanol / Chloroform im azeotropen Verhältnis von 13:87 erbrachte bei vergleichenden Extraktionsversuchen eine erheblich höhere Extraktionsmasse als sie bei Extraktionen mit den vorgenannten Lösungsmitteln erhalten wurde. Auch n-Butanol ist mit Erfolg eingesetzt worden. Es war damit möglich, auch aus Lederproben, die zuvor mit Petroläther und / oder Dichlormethan extrahiert worden waren, weitere Stoffe, die bis dahin als gebundene Fette bezeichnet wurden, herauszulösen. Die meisten Fettstoffe liegen im Leder nicht in einer definierbaren, fest an die Ledersubstanz gebundenen Form vor, sondern vielmehr über eigene polare Gruppen an entsprechende Gruppen des Leders in Form einer Orientierung oder Anlagerung. Diese Fette erfüllen damit die wichtige Forderung, dass sie im Leder nicht wandern. Weiterhin greifen sie nicht durch zusätzliche Bindungen in die eigentliche Gerbung ein. Durch stärker polare Lösungsmittel werden sie aber in einer Art - Polaritätskonkurrenz - dem Leder zusätzlich herausgelöst. Im Hinblick auf die Klarheit der erhaltenen Untersuchungsergebnisse, die vorher mit Petroläther mehr auf eine eigentliche Fettextraktion ausgerichtet waren, sind über Versuche mit chemisch einheitlichen und definierbaren Substanzen ASTM- und NF-G- Vorschriften herausgegeben worden, die n-Hexan als Extraktionsmittel vorschreiben. Obwohl auch hier die Bestimmung einer Summe von verschiedenen extrahierbaren Stoffen angenommen werden muss, kann doch davon ausgegangen werden, dass es sich überwiegend um Substanzen mit einer - Schmierwirkung - im Leder gehandelt hat. Der bisher verwendete Begriff - Fettungsmittel - entspricht nicht mehr den tatsächlichen Gegebenheiten, da viele andere Substanzen - wie z. B. einige Hydrophobierungsmittel - auch zusätzlich schmierende Wirkung haben.

Als weitere Lösemittel zur Extraktion werden für Sämischleder Diäthyläther (damit werden auch die in diesem Leder enthaltenen Anteile der Oxyfettsäuren extrahiert) und für Transparentleder Äthylalkohol (zur Bestimmung des Glyceringehalts) angegeben. Schwefelkohlenstoff wird nur bei Ledern verwendet, die nennenswerte Mengen an Schwefel (meist in der Chromzweibadgerbung gegerbte Leder) enthalten. Bei leicht brennbaren Lösemitteln sollten explosionsgeschützte Wasserbäder oder Wärmeplatten verwendet werden.

Bestimmung der im Leder enthaltenen freien Fettsäuren

Im Leder enthaltene freie Fettsäuren können bei bestimmten Lederarten, die auf empfindlichen Hautpartien des Menschen getragen werden - Hutschweißleder, Helmschweißleder usw. - zu einer Hautreizung führen. Bei diesen Ledern muss daher eine Bestimmung vorgenommen werden, um den Gehalt an freien Fettsäuren von vornherein zu begrenzen. Bei Normaltemperaturen kristallisierende freie Fettsäuren können auch zu Fettausschlägen führen. Zur Bestimmung der freien Fettsäuren wird, unter Einsatz von Petroläther der Siedefraktion 40°C bis 60°C, wie bei der zuvor beschriebenen Fettbestimmung gearbeitet. Der Stehkolben mit dem extrahierten Fett wird nach dem Entfernen des Lösungsmittels im Trockenschrank bei $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ getrocknet. Das Fett im Stehkolben wird danach mit 100 ml eines Diäthyläther-Äthanol-Gemisches (Verhältnis 1:1), das zuvor mit 0,1 N alkoholischer KOH gegen Phenolphthalein neutralisiert worden war, gelöst. Das im Äther-Äthanol-Gemisch gelöste Fett wird gegen Phenolphthalein mit alkoholischer 0,1 n-Kalilauge bis zum Farbumschlag nach Rot titriert. Der Prozentgehalt an freier Fettsäure im Leder wird wie folgt berechnet:

Berechnung:

$$\% \text{ freie Fettsäure} = \{\text{ml } 0,1 \text{ n alk. KOH} * 282 * 100\} / \{1000 * \text{Einwaage Leder in g} * 10\}$$

Bestimmung des nicht extrahierbaren Fettes

Diese Methode kann nur noch begrenzt verwendet werden und zwar im wesentlichen zur Untersuchung von Sämischledern, um deren gebundene Fettanteile festzustellen. Bei praktisch allen anderen Lederarten ist die Methode nicht anwendbar, da hier in den meisten Fällen mehr oder weniger große Anteile an synthetischen Fettstoffen mit eingesetzt worden sind.

Durchführung der Bestimmung:

Von der vorschriftsmäßig entnommenen und zerkleinerten Probe werden 5g Leder auf 0,001 g genau eingewogen und mit Dichlormethan extrahiert. Es wird dazu zweckmäßigerweise eine Filterglocke aus einem Glasrohr verwendet, so wie sie in der vorgenannten Methode ebenfalls beschrieben worden ist, um das Leder quantitativ zur Bestimmung des gebundenen Fettes einsetzen zu können. Das extrahierte Leder wird in einen Erlenmeyer überführt, mit 30 bis 35ml 8%iger alkoholischer Kalilauge auf dem Wasserbad unter Umrühren erwärmt, bis einzelne Lederteile nicht mehr sichtbar sind. Nach dem Verdunsten des Alkohols bleibt eine leimartige Masse zurück. Ist das Leder noch nicht vollständig

zerstört, wird der Rückstand nochmals mit Alkohol übergossen und in derselben Weise behandelt. Die zurückbleibende Masse wird in 50 ml heißem Wasser unter Umrühren gelöst, die Lösung mit verdünnter Salzsäure angesäuert, dann mit 40 ml konzentrierter Salzsäure versetzt. Zur Aufspaltung der gebildeten Seifen wird etwa zehn Minuten gekocht und nach dem Abkühlen mit Äther in einem 500ml Scheidetrichter zweimal extrahiert. Dazu werden je 50 bis 80ml Äther verwendet. Der Scheidetrichter muss gut geschüttelt werden. Die erhaltenen Ätherlösungen werden dreimal mit je 10ml Wasser bis zur Salzsäurefreiheit gewaschen, der Äther abdestilliert und der Rückstand, der das gebundene Fett darstellt, bis zur Massenkonzanz bei $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ getrocknet.

Kategorien:

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

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/lederpruefung_lederbeurteilung/bestimmung_des_fettgehaltes_im_leder

Last update: 2019/04/28 11:50

