

Prüfung von Lederfettungsmitteln

Analytische Verfahren

Bestimmung des Restfettgehaltes von Lickerflotten

DIN
53 345
Teil 7

Testing of fatliquors; method of analysis, determination of residual fat in fatliquor floats

Essais des huiles de nourriture; méthode analytique, dosage des matières grasses dans les bains résiduares

1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Restfettgehaltes in Lickerflotten, ermittelt als Massenkonzentration, durch Extraktion mit Dichlormethan. Der gefundene Restfettgehalt ist ein Näherungswert, der zur Ermittlung des Auszehrungsgrades von Lickerflotten dient.

2 Begriffe**2.1 Restfettgehalt**

Der Restfettgehalt der Lickerflotte ist die Differenz zwischen der eingesetzten und der vom Leder aufgenommenen fettenden Substanz.

2.2 Auszehrungsgrad

Der Auszehrungsgrad ist das Massenverhältnis der vom Leder aufgenommenen fettenden Substanz zur eingesetzten fettenden Substanz in %.

3 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des Restfettgehaltes von Lickerflotten (A):

Prüfung DIN 53 345 – A

4 Geräte und Chemikalien

- Siebgewebe DIN 4197 – L 0,8 x 0,32 – PA oder Siebgewebe DIN 4197 – K 0,8 x 0,32 – PA
- Meßkolben nach DIN 12 664, Nennvolumen 100 ml
- Abdampfschalen aus Porzellan, nach DIN 12 903
- Extraktionsgerät nach Kornauth ¹⁾
- Kolben DIN 12 348 – SANS 250 – 29
- Extraktionshülsen in Normalausführung, z. B. nach DIN 12 449
- Verbandwatte nach DIN 61 640, mit Dichlormethan vorextrahiert
- Pipette
- Glasperlen, Durchmesser 4 mm
- Wärmeschrank nach DIN 50 011 Teil 1, einstellbar auf (102 ± 2) °C
- Waage, Skalenteilungswert 0,001 g, Fehlergrenzen $\pm 0,0002$ g
- Exsikkator nach DIN 12 491, mit Silicagel als Trocknungsmittel.

- Dichlormethan, Siedepunkt 38 bis 41 °C, frisch destilliert, Aufbewahrung in dunkler Flasche über Calciumoxid
- Getrockneter Seesand, mit Säure gereinigt und gegläht, zur Analyse

Anmerkung: Dichlormethan hat toxische Eigenschaften, deshalb ist beim Gebrauch Vorsicht geboten. Für das Verfahren nach dieser Norm kann gebrauchtes Dichlormethan nach Destillation wieder verwendet werden.

5 Probenahme

Bei Fettungen im Wackerfaß wird die gesamte Restflotte des Lickerversuches in einem Becherglas oder einer Porzellanschale gesammelt; bei Fettungen im technischen Maßstab wird ein aliquoter Teil dem Lickerbad nach guter Durchmischung entnommen. Zur Entfernung von Schwebestoffen (Falzspäne, Fasern) wird die zu prüfende Flotte durch ein Siebgewebe filtriert.

6 Durchführung

100 ml der filtrierten Lickerflotte werden in eine Porzellan- oder Glasschale überführt und auf einem Wasserbad so weit wie möglich eingedampft. Der Rückstand wird mit 30 g getrocknetem Seesand gut vermischt und das erhaltene Gemenge im Wärmeschrank bei (102 ± 2) °C unter ein- bis zweimaligem Durchrühren etwa 4 Stunden getrocknet.

Das getrocknete Seesand-Fettgemisch wird quantitativ in die Extraktionshülse überführt. Dabei werden in der Eindampfschale vorhandene Reste durch mit Dichlormethan befeuchtete Wattebäusche unter Zuhilfenahme einer Pinzette aufgenommen. Schließlich wird das Extraktionsgut mit einer durch Glasperlen beschwerten, dünnen Watterschicht bedeckt.

Der mit 2 Glasperlen versehene Stehkolben wird bei (102 ± 2) °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und nach Abkühlen auf 0,001 g gewogen (Gewicht m_2).

Die mit der Probe beschickte Extraktionshülse wird in das Extraktionsgerät eingesetzt und durch mindestens 30maligen Lösemittelumlauf in vier Stunden extrahiert.

- 1) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse, Burggrafenstraße 4–10, 1000 Berlin 30.

Fortsetzung Seite 2

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.