МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОЖА

Метод определения содержания веществ, экстрагируемых органическими растворителями

Leather. Method for determination of the content of substances extracted with organic solvents

ГОСТ 938.5—68

Взамен ГОСТ 938—45 в части п. 56

МКС 59.140.30

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 2 января 1968 г.
Срок введения установлен

с 01.07.68

Постановлением Госстандарта СССР от 22.11.91 № 1783 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на кожу всех видов и устанавливает метод определения веществ, экстрагируемых органическими растворителями (несвязанных жировых веществ).

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на кожу.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб проводят по ГОСТ 938.0—75.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для определения содержания несвязанных жировых веществ в коже должны применяться следующие аппаратура, реактивы и материалы:

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г;

шкаф сушильный с терморегулятором, с точностью не менее ± 2 °С, обеспечивающий нагрев до 200 °С;

электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919—83;

набор лабораторных термометров типа ТЛ-2 (№ 2, 3), ТЛ-5 (№ 2, 3);

линейка металлическая по ГОСТ 427—75, чертежная по ГОСТ 17435—72 и другие приборы и приспособления, обеспечивающие аналогичную точность измерения;

часы электрические вторичные, типов ВЧС1-М211В24Р-200—326К, ВЧ1-М2ПВ24Р-300—323К и др.;

эксикатор 2—190 (250) по ГОСТ 25336—82;

колба коническая со шлифом ПКШ-250—29/32 по ГОСТ 25336—82;

холодильник шариковый со шлифом ХШ-6—29/32 по ГОСТ 25336—82;

колба коническая широкогорлая Кн-100 по ГОСТ 19908—90 или Кн-100—34 по ГОСТ 25336—82;

дихлорэтан по ГОСТ 1942—86, предварительно перегнанный;

петролейный эфир с температурой кипения 40—70 °С по ТУ 6-02-1244—83;

ацетон по ГОСТ 2603—79;

эфир этиловый по ОСТ 84-2006—82;

хлороформ по ТУ 6-09-06-800—76;

бумага фильтровальная марки ФОБ по ГОСТ 12026—76;

каолин обогащенный по ГОСТ 19285—73 или ГОСТ 19607—74 измельченный и просеянный сквозь сито № 25 по ГОСТ 6613—86;

песок речной высушенный и просеянный сквозь сито с сеткой № 25 по ГОСТ 6613—86.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1981 г., ноябре 1991 г. (ИУС 11—81, 2—92).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Пробы кож измельчают по ГОСТ 938.0—75.

3.2. От каждого кусочка проб кож хромового дубления с нитро- и эмульсионным покрытием до измельчения отрезают приблизительно $^1/_3$ часть. С отрезанных кусочков ватным тампоном, смоченным ацетоном, удаляют покрывную пленку, после чего измельчают их для определения содержания несвязанных жировых веществ и влаги.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску измельченной кожи массой (2,5 ± 0,05) г (хромового дубления и замши) или (5 ± 0,05) г (растительного и комбинированных методов дубления и сыромяти) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в бумажную гильзу, накрывают ватным тампоном и экстрагируют дихлорэтаном или хлороформом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Для экстрагирования жировых веществ из замши применяют этиловый эфир.

4.3. Экстрагирование проводят в конической колбе с обратным шаровым холодильником (аппарат Зайченко) в течение 1—1,5 ч.

4.4. Полноту экстрагирования проверяют при помощи папиросной бумажки (по отсутствию жирового пятна после испарения растворителя).

4.5. Для определения содержания жировых веществ в коже гильзу с навеской подвешивают на нитке, пропущенной через обратный холодильник, к нижнему концу его внутренней трубки. Через воронку, вставленную в верхнее отверстие холодильника, приливают растворитель в количестве 40—50 см^3 так, чтобы нижняя часть гильзы находилась приблизительно на расстоянии 1 см от поверхности растворителя. Колбу прибора помещают на закрытую электрическую плитку. Растворитель должен все время кипеть. Струя его, непрерывно стекая с конца холодильника, должна попадать в центр гильзы.

4.6. Полученный экстракт тщательно переливают из приемной колбы в сухую тарированную коническую колбу с широким горлом вместимостью 100—150 см^3.

Допускается производить сушку жирового остатка непосредственно в колбе для экстрагирования.

4.7. После отгонки растворителя жировой остаток в колбе сушат в сушильном шкафу в течение 1 ч при (128 ± 2) °С, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, взвешивают и сушат еще 15 мин, после чего снова охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2)

4.8. В тех случаях, когда кожи хромового дубления пропитаны полимерными соединениями, содержание несвязанных жировых веществ определяют после удаления нитро- или эмульсионной пленки (п. 3.2) нижеизложенными способами в зависимости от свойств примененных полимеров.

4.8.1. Экстрагирование навески (2,5 ± 0,05) г измельченной кожи дихлорэтаном или хлороформом и отгонку растворителя проводят, как указано в пп. 4.1—4.6, после чего подсушивают жировой остаток при температуре (128 ± 2) °С в течение 35—40 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8.2. Если для пропитки хромовых кож были применены эмульсия МБМ, дисперсия ДММА или МХ-30, то поступают следующим образом: к жировому остатку приливают 15 см^3 петролейного эфира и, взбалтывая, растворяют жировые вещества. Полимер остается в колбе в виде пленок или комочков. Растворенные жировые вещества отделяют от полимера фильтрованием через бумажный фильтр диаметром 8—10 см, который предварительно смачивают петролейным эфиром. В колбу снова приливают 15 см^3 эфира и смывают жир со стенок колбы. Если полимер отделился от жира в виде комочков, их следует растереть стеклянной палочкой, чтобы полностью извлечь жировые вещества. Затем еще один-два раза добавляют 10—15 см^3 петролейного эфира, ополаскивают колбу и тщательно отмывают фильтр от жировых веществ, особенно края его. Фильтрат собирают в высушенную и взвешенную коническую колбу вместимостью 100—150 см^3, растворитель отгоняют и остаток жировых веществ сушат, как указано в п. 4.7.

4.8.3. Если для пропитки хромовых кож была применена дисперсия ЛВ, то в колбу с жировым остатком приливают 15 см^3 ацетона и растворяют жировые вещества при осторожном нагревании. Полимер выпадает в виде пленок или комочков.

Растворенные в ацетоне жировые вещества отделяют от полимера фильтрованием через бумажный фильтр, предварительно смоченный ацетоном.

Колбу с полимером промывают 2—3 раза ацетоном без нагревания. Комочки полимера растирают стеклянной палочкой. Фильтр отмывают от жировых веществ ацетоном. Фильтрат собирают в высушенную и взвешенную коническую колбу вместимостью 100—150 см^3, растворитель отгоняют и остаток сушат, как указано в п. 4.7.

4.8.4. Если для пропитки хромовых кож была применена акриловая эмульсия, отделение жира от полимера производят с помощью петролейного эфира и ацетона. Для этого в колбу с жировым остатком приливают 15 см^3 петролейного эфира; при этом часть жировых веществ растворяется. Раствор переносят на воронку с бумажным фильтром (если раствор окрашен, пробу 1—2 раза обрабатывают эфиром). Затем все, что не растворилось, растворяют в 15 см^3 ацетона при нагревании (допускается кипячение). После охлаждения приблизительно до 30 °С прибавляют в колбу около 25 см^3 петролейного эфира и взбалтывают. Полимер тотчас же выпадает в виде комочков. Жир от полимера отделяют фильтрованием через бумажный фильтр. Фильтр и колбу тщательно промывают, комочки полимера растирают в колбе с эфиром стеклянной палочкой. Фильтрат (раствор жира в эфире и ацетоне) собирают в высушенную и взвешенную коническую колбу вместимостью 100—150 см^3. Растворитель отгоняют и остаток жировых веществ сушат, как указано в п. 4.7.

4.9. Содержание остаточных несвязанных жировых веществ в юфти после обработки ее «пылью» определяют, как указано в пп. 4.1—4.7.

4.9.1. Обработку образцов юфти «пылью» производят следующим образом:

образцы кожи, отобранные для химического анализа, общим весом 80—100 г разрезают на полоски размером приблизительно 20 × 140 мм. Затем каждую полоску разрезают поперек пополам. Одну часть каждой полоски используют для полного химического анализа, а другую — для обработки «пылью» (45—50 г). Для определения остаточного количества жировых веществ после обработки конской юфти «пылью» пробу берут из высечек от физико-механических испытаний. Для этого выбирают кусочки кожи размером приблизительно 20 × 50 мм, общим весом 40—50 г. Затем в стеклянные лабораторные банки вместимостью 500 см^3 с притертыми или другими плотно пригнанными пробками насыпают пятикратное от массы кожи количество «пыли» и по одной загружают полоски кожи. Закрытые банки помещают в болталку на 24 ч и взбалтывают при скорости (60 ± 5) мин$^{-1}$. После этого полоски кожи вынимают, тщательно очищают мягкой щеткой, измельчают и определяют содержание влаги и жировых веществ.

В качестве «пыли» применяют смесь, состоящую из 60 весовых частей воздушно-сухого каолина и 40 весовых частей речного песка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10. Допускается проводить испытания по ИСО 4048—77 в соответствии с приложением.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

5.1. Содержание веществ, экстрагируемых органическими растворителями ($X_о$), после обработки пылью ($X_{оп}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_о(X_{оп}) = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески кожи, г;

m_1 — масса жирового остатка, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Определение содержания несвязанных жировых веществ проводят по двум параллельным навескам кожи. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Содержание несвязанных жировых веществ в %	Допускаемое отклонение в абс. %
До 10	± 0,2
Свыше 10 до 15	± 0,3
Свыше 15	± 0,4

5.3. Допускаемые отклонения от среднего арифметического двух параллельных определений не должны превышать величин, приведенных в таблице.

5.4. Результат определений подсчитывают с точностью до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до одного десятичного знака.

5.5. Пересчет результатов анализа на абсолютно сухую кожу или на кожу с условным содержанием влаги производят по ГОСТ 938.1—67.

ПРИЛОЖЕНИЕ

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ ИСО 4048—77
КОЖА. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЩЕСТВ, РАСТВОРИМЫХ В ДИХЛОРМЕТАНЕ

Введение

Не все жирные и подобные им вещества могут быть извлечены из кожи с помощью органических растворителей; они могут быть частично растворены или частично связаны с кожей. С другой стороны, растворитель может растворять нежирные вещества, например, серу, или пропитывающие вещества, которые вызывают трудность в определении кислотных чисел и чисел омыления жиров.

Примечание. Описанные в настоящем стандарте устройство и способ пригодны также для экстракции кожи другими растворителями, нежели дихлорметан. Если для какой-либо цели используют другие растворители, они должны быть точно определены в отчете об испытаниях.

1. Объем и область применения стандарта

Настоящий международный стандарт устанавливает метод для определения веществ, содержащихся в коже, которые растворяются в дихлорметане.

Настоящий метод применим для всех типов кож.

2. Ссылки

ИСО 2418 — Кожа. Образцы для лабораторных испытаний. Размещение и обозначение.

ИСО 2588 — Кожа. Отбор образцов. Число отдельных образцов для крупного образца.

ИСО 4044 — Кожа. Приготовление образцов для химических исследований.

ИСО 4098 — Кожа. Метод определения растворимого в воде вещества, растворимого в воде неорганического вещества, и растворимого в воде органического вещества.

3. Определение

Для употребления в настоящем международном стандарте дается следующее определение:

экстрагируемые вещества: жиры и другое растворимое вещество, которое может быть экстрагировано из кожи с помощью дихлорметана.

4. Основа метода

Непрерывная экстракция образца приготовленной кожи с помощью дихлорметана. Выпаривание растворителя из экстракта. Высушивание экстракта при температуре (102 ± 2) °С и взвешивание.

5. Реактивы

При проведении анализа использовать только реактивы, чистые для анализа.

5.1. Дихлорметан, температура кипения от 38 до 40 °С, свежедистиллированный и содержащийся в темной бутылке над окисью кальция.

Предостережение. Дихлорметан обладает токсичными свойствами и с ним следует обращаться с осторожностью.

Примечания:

1. Хранящийся длительное время дихлорметан должен быть испытан на присутствие в нем какого-нибудь количества соляной кислоты следующим образом:

встряхнуть 10 см^3 дихлорметана с 1 см^3 0,1 н. раствора азотнокислого серебра. Если раствор азотнокислого серебра становится мутным, дихлорметан следует повторно подвергнуть дистилляции и содержать в темной бутылке над окисью кальция.

2. Дихлорметан, который был использован для настоящего анализа, может быть восстановлен и повторно использован после дистилляции.

6. Устройство

Обычное лабораторное устройство и в особенности

6.1. Экстрактор Сокслета, включая экстракционную бутыль подходящей емкости и конденсатор.

6.2. Экстракционные гильзы с фильтровальной бумагой соответствующих размеров и обработки, или подходящие стеклянные фильтрующие раструбы.

6.3. Печь, способная поддерживать температуру (102 ± 2) °С.

7. Отбор образцов

7.1. Цельные куски кожи

При отсутствии любой другой договоренности между заинтересованными сторонами по отбору образцов необходимо следовать способу, описанному в стандарте ИСО 2588 для отбора образцов из партии. Образцы следует брать из кусков как описано в стандарте ИСО 2418.

7.2. Другие заявки

Отбор образцов должен осуществляться в соответствии с требованиями относящимися к делу спецификации или договора.

8. Метод

Приготовить образец как описано в стандарте ИСО 4044.

Взвесить (20 ± 0,1) г приготовленного образца и ровно прижать к экстракционной гильзе с фильтровальной бумагой или к стеклянному раструбу (п. 6.2). Покрыть кожу тонким слоем хлопчатобумажного фильтрующего материала, предварительно подвергнутого экстракции с помощью дихлорметана (п. 5.1).

Высушить экстракционную бутыль (п. 6.1) с содержащимися в ней двумя стеклянными шариками, нагревая в течение 30 мин при температуре (102 ± 2) °С. Взвесить после охлаждения в эксикаторе.

Начать непрерывную экстракцию дихлорметаном (см. примечание 1); затем, после 30 смен растворителя, продистиллировать дихлорметан из бутыли, содержащий экстракт (см. примечание 2).

Высушить экстракт в течение 4 ч в печи (п. 6.3), в которой поддерживается температура (102 ± 2) °С (если перед высушиванием видны капли воды, добавить от 1 до 2 см^3 этилового спирта). Взвесить после охлаждения в течение 30 мин в эксикаторе.

Повторить высушивание, охлаждение и взвешивание три раза при продолжительности периодов высушивания 1 ч до тех пор, пока дальнейшая потеря в массе не превысит 0,01 г, либо общее время высушивания не станет равным 8 ч (см. примечание 3).

Примечания:

1. Дихлорметан может также растворять содержащиеся в коже нежирные вещества, например, серу (присутствие серы определяется по желтому осадку в бутыли). Поскольку присутствие серы создает определенные трудности, она может быть удалена следующим образом.

Растворить экстракт в наименьшем количестве сложного диэтилового эфира и отфильтровать через небольшой хлопчатобумажный фильтр в предварительно взвешенную бутыль. После тщательной промывки хлопчатобумажного фильтра сложным эфиром удалить этот эфир из экстракта в бутыли посредством дистилляции над горячей водяной баней, от которой предварительно удаляется всякий источник открытого огня. Если сера снова осаждается, повторить процедуру. После того как весь сложный диэтиловый эфир пройдет дистилляцию, высушить бутыль, осадок и взвесить.

2. Экстракт может быть использован для анализа, например, для определения кислотных чисел и чисел омыления жиров, или для определения содержания в коже свободной жирной кислоты.

3. После удаления растворителя, экстракт может быть использован для определения растворимых в воде веществ в соответствии со стандартом ИСО 4098.

9. Выражение результатов

9.1. Вычисление

Количество вещества, экстрагируемого в дихлорметан (или другой точно определенный растворитель (и)), в процентах, определяют по формуле

$$\frac{m_1}{m_0} \cdot 100,$$

где m_0 — масса испытуемой части, г;

m_1 — масса экстракта, г.

9.2. Повторяемость

Результаты воспроизведенных в точности определений, осуществленных одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории, не должны отличаться более чем на 0,2 %, в пересчете на исходную массу кожи.

9.3. Воспроизводимость

Результаты двух определений, осуществленных разными операторами в разных лабораториях на одном и том же образце, не должны отличаться более чем на 0,5 %, в пересчете на исходную массу кожи.

10. Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен содержать следующие данные:

а) ссылку на настоящий международный стандарт;

б) полное обозначение образца;

в) характерные свойства растворителя;

г) полученные результаты, с точностью до одного десятичного разряда, и среднее значение;

д) подробности любых особых обстоятельств, которые могут повлиять на результаты.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 2).**