
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ**

**ГОСТ
ISO 4098—
2015**

КОЖА

Химические испытания. Метод определения водорастворимых веществ, водорастворимых неорганических веществ и водорастворимых органических веществ

(ISO 4098:2006, IDT)

Издание официальное



**Москва
Стандартинформ
2016**

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстиль», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 октября 2015 г. № 1475-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 4098—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 4098:2006 Leather — Chemical tests — Determination of water-soluble matter, water-soluble inorganic matter and water-soluble organic matter (Кожа. Химические испытания. Определение водорастворимых веществ, водорастворимых неорганических веществ и водорастворимых органических веществ).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в связи с особенностями построения межгосударственной системы стандартизации.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	2
4 Термины и определения	2
5 Реагенты	2
6 Аппаратура	2
7 Отбор проб и подготовка образцов	2
8 Процедура	3
9 Примечания к процедуре	3
10 Расчет и представление результатов	3
11 Протокол испытаний	4
12 Воспроизводимость результатов	4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам	5

КОЖА

Химические испытания.

Метод определения водорастворимых веществ, водорастворимых неорганических веществ и водорастворимых органических веществ

Leather. Chemical tests. Method for determination of water-soluble matters, water-soluble inorganic matters and water-soluble organic matters

Дата введения — 2016—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания в коже водорастворимых веществ, водорастворимых неорганических веществ и водорастворимых органических веществ.

Данный метод применим ко всем видам кож. Результат, получаемый с помощью этого анализа, зависит от таких факторов как:

- степень измельчения кожи;
- температура экстрагирования;
- время экстрагирования;
- соотношение количества кожи к количеству воды.

Для получения сравнимых результатов чрезвычайно важно, чтобы условия испытаний точно воспроизводились.

Во всех случаях любые соли аммония в фильтрате включаются как часть водорастворимого вещества, которое затем разлагается при прокаливании. Таким образом они влияют на результат по определению водорастворимых органических веществ. При необходимости концентрацию аммониевых солей определяют отдельно в фильтрате.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание. Для недатированных ссылок применяют самые последние издания, включая любые изменения и поправки.

ISO 2418:2002 Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location (Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Определение местоположения образца)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO 4044:2008 Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples (Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний)

ISO 4048:2008 Leather — Chemical tests — Determination of matter soluble in dichloromethane and free fatty acid content (Кожа. Химический анализ. Определение растворимых в дихлорметане веществ и свободной жирной кислоты)

ISO 4684:2005 Leather — Chemical tests — Determination of volatile matter (Кожа. Химические испытания. Определение летучего вещества)

3 Принцип

Проводят экстракцию подготовленного образца водой при заданных условиях и определяют количество водорастворимого вещества после испарения и сушки при $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$. Обработка серной кислотой и озоление остатка при 700°C позволяют определить водорастворимые неорганические вещества. Водорастворимые органические вещества определяют по разнице.

4 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

4.1 водорастворимое вещество (water-soluble matter): Вещество, вымываемое из кожи водой при условиях, отвечающих требованиям настоящего метода.

4.2 водорастворимое неорганическое вещество (water-soluble inorganic matter): Сульфатированная зола водорастворимого вещества, приготовленная в соответствии с требованиями настоящего метода.

4.3 водорастворимое органическое вещество (water-soluble organic matter):

Разница между общим количеством водорастворимых веществ и количеством водорастворимых неорганических веществ.

5 Реагенты

5.1 Раствор серной кислоты, 1 моль/л.

5.2 Дистиллированная или деионизованная вода, соответствующая требованиям степени чистоты 3 по ISO 3696.

6 Аппаратура

Требуется обычная лабораторная аппаратура и, в частности, следующая.

6.1 Колбы с широким горлом и плотно подогнанной пробкой (емкостью от 650 до 750 мл).

6.2 Градуированный мерный цилиндр емкостью 500 мл.

6.3 Пипетка емкостью 50 мл.

6.4 Испарительная чашка, кварцевая, платиновая или фарфоровая, с плоским дном и рабочей емкостью не менее 50 мл.

6.5 Подходящий встряхиватель, обеспечивающий (50 ± 10) циклов/мин.

6.6 Термометр с диапазоном измерений от 0°C до 50°C .

6.7 Рифленая фильтровальная бумага высокого качества для быстрого фильтрования.

6.8 Водяная или паровая баня.

6.9 Печь, поддерживающая температуру $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$.

6.10 Муфельная печь, обеспечивающая температуру близкую, но не превышающую 700°C (см. 9.4).

6.11 Эксикатор.

6.12 Аналитические весы с точностью до 0,001 г.

7 Отбор проб и подготовка образцов

Если возможно, проводят отбор проб в соответствии с ISO 2418 и измельчают кожу в соответствии с ISO 4044. Если отбор проб в соответствии с ISO 2418 невозможен (например, в случае отбора кожи из готовых отделанных изделий, таких как обувь или одежда), в протоколе испытаний описывают процедуру отбора проб.

Аккуратно взвешивают приблизительно 10 г измельченной кожи и записывают массу (m_0). Экстрагируют кожу в соответствии с ISO 4048 перед определением водорастворимых веществ.

Если результат необходимо представить, исходя из сухого вещества, тогда еще один образец из той же самой кожи испытывают в соответствии с ISO 4684, чтобы возможно было рассчитать содержание влаги.

8 Процедура

8.1 Общие положения

Количественно переносят в колбу (см. 6.1) высушенную на воздухе измельченную экстрагированную дихлорметаном кожу, полученную в соответствии с разделом 7. Добавляют (500 ± 10) мл деионизованной воды (см. 5.2) при $(22,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$, тщательно закрывают пробкой и механически встряхивают (см. 6.5) с частотой (50 ± 10) циклов/мин в течение (120 ± 10) мин при температуре $(22,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$ (см. 9.1).

Фильтруют содержимое колбы через рифленую фильтровальную бумагу (см. 6.7) до тех пор, пока фильтрат остается прозрачным. Отбрасывают первые 50 мл. Определяют водорастворимые органические и неорганические вещества в последующих аликвотных порциях (по 50 мл) фильтрата (см. 9.2 и 9.3).

8.2 Водорастворимые вещества

С помощью пипетки переносят 50 мл (см. 6.3) фильтрата в чашку (см. 6.4), которая предварительно прокалена при температуре 700°C (см. 6.10), охлаждена в эксикаторе и аккуратно взвешена. Испаряют фильтрат над водяной баней (см. 6.8) и сушат остаток при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение приблизительно 2 ч. Охлаждают в эксикаторе. В небольшом эксикаторе может находиться только одна чашка, а в большом — не более двух. Быстро взвешивают и повторяют процедуру сушки, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока дальнейшее снижение массы не превысит 2 мг или общее время сушки не составит 8 ч. Записывают окончательную массу и рассчитывают массу сухого остатка (m_1).

8.3 Водорастворимые неорганические вещества

Тщательно смачивают остаток, полученный в 8.1 (см. 9.2), в чашке (см. 6.4) достаточным количеством серной кислоты с концентрацией 1 моль/л и аккуратно нагревают над небольшим пламенем до тех пор, пока не прекратится выделение паров трехоксида серы. Затем нагревают более сильно до тех пор, пока чашка не покраснеет. Помещают чашку в муфельную печь (см. 6.10) при 700°C на 15 мин (см. 9.4). Охлаждают в эксикаторе и как можно быстрее взвешивают. Повторяют добавление кислоты, нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока дальнейшее снижение массы не превысит 2 мг или общее время сушки не составит 8 ч. Записывают окончательную массу и рассчитывают массу сульфатированного остатка (m_2).

9 Примечания к процедуре

9.1 Если в помещении для проведения испытаний невозможно поддерживать установленную температуру экстракции $(22,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$, рекомендуется использовать вакуумную колбу емкостью от 650 до 750 мл. Диапазон величин общего количества водорастворимых веществ $w_{T,ws}$ будет вероятнее всего отличаться примерно на 0,5 % по сравнению с разрешенным температурным интервалом.

9.2 Водорастворимые вещества и водорастворимые неорганические вещества могут быть определены раздельно. Водорастворимые вещества могут быть определены путем испарения 50 мл порций фильтрата в предварительно высушенных платиновых, кварцевых, серебряных, фарфоровых или стеклянных чашках при температуре $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ в соответствии с 8.2. Водорастворимые неорганические вещества могут быть определены при испарении 50 мл порций в предварительно прокаленных кварцевых, платиновых или глазурованных фарфоровых чашках в соответствии с 8.3.

9.3 Если масса водорастворимого неорганического вещества окажется менее 2,0 % от массы кожи, рекомендуется использовать аликвотные порции по 100 или 200 мл. В случаях, когда результат будет заведомо менее 1,0 %, следует всегда использовать 100 или 200 мл порции.

9.4 При температурах выше 700°C возможна потеря массы остатка, обусловленная летучестью некоторых неорганических солей. По этой причине необходимо строго контролировать, чтобы максимальная температура печи не превышала 700°C .

10 Расчет и представление результатов

Рассчитывают процентное содержание, когда испаряемый объем воды составляет 1/10 полного объема. Когда используются другие объемы, коэффициент 10 должен быть соответствующим образом изменен.

а) Общее количество водорастворимых веществ $w_{T,ws}$ (массовая доля в процентах) вычисляют по формуле

$$w_{T,ws} = \frac{m_1 \cdot 10 \cdot 100}{m_0},$$

где m_1 — масса сухого остатка;

m_0 — масса исходного образца кожи.

б) Количество водорастворимых неорганических веществ $w_{I,ws}$ (массовая доля в процентах) вычисляют по формуле

$$w_{I,ws} = \frac{m_2 \cdot 10 \cdot 100}{m_0},$$

где m_2 — масса сульфатированного остатка;

m_0 — масса исходного образца кожи.

с) Количество водорастворимых органических веществ, $w_{O,ws}$ (массовая доля в процентах). Чтобы получить процентное содержание водорастворимых органических веществ рассчитывают разницу между процентным содержанием всех водорастворимых веществ и процентным содержанием водорастворимых неорганических веществ:

$$w_{O,ws} = (w_{T,ws}) - (w_{I,ws})$$

Если представляют результаты, исходя из сухого вещества, полученные выше значения должны быть умножены на коэффициент $100/(100 - w)$, где w — массовая доля летучих веществ, в процентах, в соответствии с ISO 4684. Сведения о том, что результаты представляют, исходя из сухого вещества, указывают в протоколе испытаний.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

- а) ссылку на настоящий стандарт;
- б) полученные результаты с точностью до одного десятичного знака;
- с) указать результаты, если определены, исходя из сухого вещества;
- д) описание испытуемого образца;
- е) подробности любых отклонений от процедуры или наличие особых условий, которые могли повлиять на результаты.

12 Воспроизводимость результатов

Результаты повторных определений, рассчитанные по исходной массе кожи, не должны отличаться более чем на 0,2 %. Если результаты определений отличаются более чем на 0,2 %, то необходимо провести еще один ряд повторных определений.

**Приложение ДА
(справочное)**

**Сведения о соответствии межгосударственных стандартов
ссылочным международным стандартам**

Т а б л и ц а ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 2418:2002 Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Определение местоположения образца	—	*
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	—	*
ISO 4044:2008 Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний	—	*
ISO 4048:2008 Кожа. Химический анализ. Определение растворимых в дихлорметане веществ и свободной жирной кислоты	—	*
ISO 4684:2005 Кожа. Химические испытания. Определение летучего вещества	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

УДК 675.014.6:006.354

МКС 59.140.30

IDT

Ключевые слова: кожа, содержание, водорастворимое вещество, органическое, неорганическое, метод, образец, измельчение, экстракция, результат, протокол

Редактор *И.В. Гоголь*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 11.11.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 43 экз. Зак. 4043.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru