|  |
| --- |
| ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**(ЕАСС)****EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION****(EASC)** |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ****СТАНДАРТ** | **ГОСТ** **ISO 4098–***(проект, RU, первая редакция)* |

**КОЖА**

**Химические испытания**

**Определение водорастворимых веществ, водорастворимых неорганических веществ и водорастворимых органических веществ**

**(ISO 4098:2018,** **IDT)**

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**202**

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Инновационный научно-производственный центр текстильной и легкой промышленности» (АО «ИНПЦ ТЛП») на основе перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № )

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 |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 4098:2018 «Кожа. Химические испытания. Определение водорастворимых веществ, водорастворимых неорганических веществ и водорастворимых органических веществ» («Leather - Chemical tests - Determination of water-soluble matter, water-soluble inorganic matter and water-soluble organic matter», IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 Взамен ГОСТ ISO 4098–2015

6 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав.

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

© ISO, 2018\_

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

**Содержание**

|  |  |
| --- | --- |
| 1 Область применения……………………………………………………………………. |  |
| 2 Нормативные ссылки……………………………………………………………..…….. |  |
| 3 Термины и определения………………………………………………………….…….. |  |
| 4 Сущность метода…..……………………………………………….............................. |  |
| 5 Реактивы |  |
| 6 Аппаратура………………......................................................................................... |  |
| 7 Отбор и подготовка образцов…................................................................... |  |
| 8 Процедура…………………………........................... |  |
| 9 Примечание к процедуре..……………………………………………………… |  |
| 10 Расчет и выражение результатов |  |
| 11 Протокол испытаний |  |
| 12 Воспроизводимость результатов |  |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам ……..…………………………………………………….. |  |

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

**КОЖА**

**Химические испытания**

**Определение водорастворимых веществ, водорастворимых неорганических веществ и водорастворимых органических веществ**

Leather. Chemical tests. Determination of water-soluble matter, water-soluble inorganic matter and water-soluble organic matter

 **Дата введения**

**1 Область применения**

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

Данный метод применим ко всем типам кожи.

Результат, полученный в ходе данного анализа, зависит от таких факторов, как:

- степень измельчения кожи;

- температура экстрагирования;

- период экстрагирования;

- соотношение количества кожи к количеству воды.

 Для получения сопоставимых результатов необходимо точное воспроизведение условий испытаний. Во всех случаях любые соли аммония в фильтрате включаются как часть водорастворимого вещества и затем разлагаются при прокаливании.

Таким образом, они влияют на результат определения водорастворимых органических веществ. При необходимости концентрацию аммонийных солей в фильтрате можно определить отдельно.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных – последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 2418, Leather – Chemical, physical and mechanical and fastness tests – Sampling location (Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на устойчивость. Установление места отбора образцов)

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

ISO 4048, 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 4044, Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples (Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний)

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

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применяют следующие термины и определения.

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- ISO онлайн платформа для просмотра доступна по адресу https://www.iso.org/obp/;

- IEC Electropedia: доступно по адресу http://www.electropedia.org/

3.1 **водорастворимое вещество** (water-soluble matter): Вещество, которое при условиях, описанных в данном методе, выводится из кожи водой.

3.2 **водорастворимое неорганическое вещество** (water-soluble inorganic matter): Сульфатированная зола водорастворимого вещества (3.1), приготовленная в соответствии с данным методом.

3.3 **водорастворимое неорганическое вещество** (water-soluble organic matter): Разность между общим количеством водорастворимого вещества (3.1) и количеством водорастворимого неорганического вещества (3.2)

**4 Сущность метода**

После водной экстракции подготовленного образца в заданных условиях, определяют количество водорастворимого вещества путем выпаривания и сушки при температуре (102 ± 2) °C. Сульфатирование и озоление остатка при температуре 700 °C позволяет определить водорастворимые неорганические вещества. Водорастворимые органические вещества определяют по разнице.

**5 Реактивы**

**5.1 Раствор серной кислоты,** 1 моль/дм3.

**5.2** **Дистиллированная или деионизированная вода**, соответствующая требованиям 3 класса чистоты по ISO 3696.

**6 Аппаратура**

Требуется обычное лабораторное оборудование, в частности следующее:

**6.1 Колбы** с широким горлом и плотно прилегающей пробкой (подходящей вместимостью от 650 см3 до 750 см3).

**6.2 Градуированный мерный цилиндр,** вместимостью 500 см3.

**6.3 Пипетка,** вместимостью 50 см3.

**6.4 Испарительная чаша,** кварцевая, платиновая или фарфоровая, с плоским дном и рабочей вместимостью не менее 50 см3.

**6.5 Соответствующий аппарат для встряхивания,** работающий со скоростью (50 ± 10) циклов в минуту.

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

**6.7 Рифленая фильтровальная бумага** высокого качества.

**6.8 Кипящая вода или паровая баня.**

**6.9 Сушильный шкаф,** способный поддерживать температуру (102 ± 2) °C.

**6.10 Муфельная печь,** способная поддерживать температуру, близкую к 700 °C, но не превышающую ее (см. 9.4).

**6.11 Эксикатор.**

**6.12 Аналитические весы,** взвешивающие с точностью до 0,001 г.

**7 Отбор и подготовка образцов**

Отбор образцов проводят в соответствии с ISO 2418, измельчают кожу в соответствии с ISO 4044. Если отбор образцов в соответствии с ISO 2418 невозможен (например, в случае отбора кож из готовых изделий, таких как обувь или одежда), то подробная информация об отборе образцов должна быть представлена вместе с протоколом испытания.

Взвешивают примерно 10 г измельченной кожи и записывают массу (*m0*). Перед определением содержания водорастворимых веществ экстрагируют кожу в соответствии с ISO 4048.

Если результат должен быть представлен исходя из сухого вещества, то еще один образец той же кожи испытывают в соответствии с ISO 4684 для расчёта содержания влаги.

**8 Процедура**

**8.1 Общие сведения**

Количественно переносят высушенную на воздухе, измельченную, экстрагированную дихлорметаном кожу, полученную в разделе 7, в колбу (6.1). Добавляют (500 ± 10) см3 деионизированной воды (5.2) при температуре
(23,5 ± 3,5) °C, плотно закрывают пробку и механически встряхивают колбу (6.5) со скоростью (50 ± 10) циклов в минуту в течение (120 мин ± 10) мин при температуре (23,5 ± 3,5) °C (см. 9.1).

Содержимое колбы фильтруют через рифленую фильтровальную бумагу (6.7), до тех пор, пока фильтрат не станет прозрачным. Первые 50 см3 выливают. Определяют содержание водорастворимого органического вещества и неорганического вещества в последующих аликвотных порциях (50 см3) фильтрата (см. 9.2 и 9.3).

**8.2 Водорастворимые вещества**

Пипеткой (6.3) отбирают 50 см3 фильтрата в чашу (6.4), которая предварительно прокалена при температуре 700 °С (6.10). охлаждена в эксикаторе (6.11) и аккуратно взвешена (6.12). Испаряют фильтрат над водяной баней (6.8) и остаток высушивают при температуре (102 ± 2) °C (6.9) в течение примерно 2 ч. Затем охлаждают в эксикаторе, используя за один раз только одну чашу в маленьком эксикаторе и не более двух в большом эксикаторе. Быстро взвешивают и повторяют процедуру сушки, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока дальнейшее уменьшение массы не превысит 2 мг, или общее время сушки будет равно 8 ч. Записывают окончательную массу и рассчитывают массу сухого остатка (*m1*).

**8.3 Водорастворимые неорганические вещества**

Тщательно смачивают остаток, полученный в пункте 8.2 (см. 9.2), в чаше (6.4) достаточным количеством 1 моль/дм3 серной кислоты (5.1) и осторожно нагревают на слабом огне, пока не прекратится выделение паров триоксида серы. Затем нагревание увеличивают до тех пор пока чаша не раскалится докрасна. После этого, переносят чашу в муфельную печь (6.10) при температуре 700 °C на 15 мин (см. 9.4). Охлаждают в сушильном шкафу и взвешивают. Повторяют добавление кислоты, нагревание, охлаждение и взвешивание до тех пор, пока дальнейшее уменьшение массы не превысит 2 мг или общее время сушки не составит 8 ч. Записывают окончательную массу и рассчитывают массу сульфатированного остатка, (*m2*).

**9 Примечания к процедуре**

9.1 Если в помещении для проведения испытаний невозможно поддерживать установленную температуру экстракции (23,5 ± 3,5) °C, рекомендуется использовать вакуумную колбу емкостью от 650 см3 до 750 см3. Диапазон значений общего количества водорастворимого вещества, $W \_{T, ws}$, см. раздел 10 a)], вероятно, будет отличаться примерно на 0,5 % от значений в допустимом диапазоне температур.

9.2 Водорастворимые вещества и водорастворимые неорганические вещества могут быть определены отдельно. Водорастворимые вещества могут быть определены путем выпаривания порций фильтрата по 50 см3 в предварительно высушенной платиновой, кварцевой, серебряной, фарфоровой или стеклянной чаше при температуре (102 ± 2) °C, в соответствии с требованиями 8.2. Водорастворимые неорганические вещества могут быть определены путем выпаривания отдельных порций фильтрата по 50 см3 в предварительно прокаленной кварцевой, платиновой или глазурованной фарфоровой чаше в соответствии с 8.3.

9.3 Если масса водорастворимых неорганических веществ окажется менее 2,0 % от массы кожи, рекомендуется использовать аликвотные порции объемом
100см3 или 200 см3. В случаях, когда результат окажется менее 1,0 %, всегда следует использовать порцию 100 см3 или 200 см3.

9.4 При температуре выше 700 °C возможна некоторая потеря массы остатка вследствие улетучивания некоторых неорганических солей. По этой причине необходим тщательный контроль, чтобы максимальная температура печи не превышала 700 °C.

**10 Расчет и выражение результатов**

Рассчитывают процентное содержание, когда испарившийся объем воды составляет $\frac{1}{10}$ от общего объема. Если используются другие объемы, то коэффициент 10 должен быть соответствующим образом изменен.

a) Общее количество водорастворимого вещества, $W \_{T, ws}$ (массовая доля в процентах), см. формулу (1):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $$W \_{T, ws}=\frac{m\_{1}×10×100}{m\_{0}}$$ | (1) |

где

$m\_{1}$ - масса сухого остатка;

$m\_{0}$ - масса исходного образца кожи.

b) Водорастворимое неорганическое вещество, $W \_{I, ws}$ (массовая доля в процентах), см. формулу (2):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $$W \_{I, ws}=\frac{m\_{2}×10×100}{m\_{0}}$$ | (2) |

где

$m\_{2}$ - масса сульфатированного остатка;

$m\_{0}$ - масса исходного образца кожи.

c) Водорастворимое органическое вещество, $W \_{0, ws}$ (массовая доля в процентах). Чтобы получить процентное содержание водорастворимого органического вещества, рассчитывают разницу между процентным содержанием общего водорастворимого вещества и процентным содержанием водорастворимого неорганического вещества, см. формулу (3):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | $W \_{0, ws}$ $= $$(W \_{T, ws}$) $− ($$W \_{I, ws}$) | (3) |

Если результаты должны быть представлены исходя из сухого вещества, то вышеуказанные результаты должны быть умножены на коэффициент $\frac{100}{(100 - w)}$, где *w* $−$ массовая доля летучих веществ в процентах в соответствии с ISO 4684. Если результаты представлены в расчете на сухое вещество, это должно быть четко указано в протоколе испытания.

**11 Протокол испытаний**

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полученные результаты с точностью до одного десятичного знака;

c) подтверждение, если результаты определены, исходя из сухого вещества;

d) описание испытанного образца;

e) подробные сведения о любых отклонениях от процедуры или особых обстоятельствах, которые могли повлиять на результаты.

**11 Воспроизводимость результатов**

Результаты повторных определений, рассчитанные на исходную массу кожи, не должны отличаться более чем на 0,2 %. Если результаты определений отличаются более чем на 0,2 %, то необходимо дополнительно провести еще один ряд повторных определений и представить результаты.

**Приложение ДА**

**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам**

Т а б л и ц а ДА.1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
| ISO 2418 | - | \* |
| ISO 3696 | IDT | ГОСТ ISO 3696 «ГОСТ ISO 3696–2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля» |
| ISO 4048 | IDT | ГОСТ ISO 4048–2021 «Кожа. Химические испытания. Определение содержания веществ, растворимых в дихлорметане, и свободных жирных кислот» |
| ISO 4044 | IDT | ГОСТ ISO 4044–202X «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний» |
| ISO 4684 | IDT | ГОСТ ISO 4684–2015 « Кожа. Химические испытания. Метод определения содержания летучих веществ» |
| \* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык международного стандарта. Официальный перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT – идентичные стандарты. |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| УДК 675.014.6:006.354 | МКС 59.140.30 | IDT |
| Ключевые слова: кожа, химические испытания, водорастворимые вещества, водорастворимые неорганические вещества,  |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Заместитель генерального директора по научной работе АО «ИНПЦ ТЛП» |  | Т.П. Назарова |
| Старший научный сотрудник отдела отдела технологии производства кожи и меха |  | Л.Н. Углова |
| Эксперт по стандартизации  |  | Н.В. Бадьина |