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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 4048— 2021

КОЖА

Химические испытания. Определение содержания веществ, растворимых в дихлорметане, и свободных жирных кислот

(ISO 4048:2018, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 Производственно-внедренческим обществом с ограниченной ответственностью «Фирма «Техноавиа» (ПВ ООО «Фирма «Техноавиа») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 ноября 2021 г. № 145-П)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 декабря 2021 г. № 1743-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 4048—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2022 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 4048:2018 «Кожа. Химические испытания. Определение содержания веществ, растворимых в дихлорметане, и свободных жирных кислот» [«Leather — Chemical tests — Determination of matter soluble in dichloromethane and free fatty acid content», IDT].

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 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
© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Реагенты 2
6 Аппаратура 2
7 Отбор и подготовка образцов для испытаний 3
8 Проведение испытания 3
8.1 Общие требования 3
8.2 Экстракция с использованием аппарата Сокслета 3
8.3 Экстракция с использованием системы экстракции под давлением 3
8.4 Определение содержания свободных жирных кислот 4
9 Обработка результатов 4
9.1 Расчет веществ, экстрагируемых в дихлорметане 4
9.2 Расчет содержания свободных жирных кислот 4
10 Протокол испытаний 4
Приложение А (справочное) Сравнение пяти образцов кожи 5
Приложение В (справочное) Повторяемость и воспроизводимость 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам 7
Библиография 8

Поправка к ГОСТ ISO 4048—2021 Кожа. Химические испытания. Определение содержания веществ, растворимых в дихлорметане, и свободных жирных кислот

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2022 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОЖА

Химические испытания. Определение содержания веществ, растворимых в дихлорметане, и свободных жирных кислот

Leather. Chemical tests. Determination of matter soluble in dichloromethane and free fatty acid content

Дата введения — 2022—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения в коже растворимых в дихлорметане веществ. Данный метод применим ко всем видам кожи.

Не все жировые и подобные вещества могут быть экстрагированы из кожи органическими растворителями; они могут быть частично растворимы, а частично связаны с кожей. С другой стороны, растворитель может растворять нежировые вещества, например, серу и пропитки, которые затрудняют определение кислотного числа и числа омыления жира.

Настоящий стандарт включает в себя две методики экстракции жировых веществ: 1) экстракция с использованием аппарата Сокслета; и 2) экстракция с использованием системы экстракции под давлением.

Поскольку экстракцию часто проводят в сочетании с определением содержания свободных жирных кислот в коже, включена соответствующая процедура определения свободных жирных кислот, экстрагируемых данным способом.

Аппаратура и методика, установленные данным методом, также пригодны для экстракции растворителями, отличными от дихлорметана (хотя может потребоваться изменение температурных условий для экстракции под высоким давлением).

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 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 содержания летучих веществ)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

ISO и IEC поддерживают терминологическую базу данных, используемую в целях стандартизации по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ISO: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru
- Электропедия IEC: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru

Издание официальное

3.1 **экстрагируемые вещества** (extractable substances): Жиры и другие растворимые вещества, которые можно извлечь из кожи дихлорметаном.

3.2 **содержание свободных жирных кислот** (free fatty acid content): Содержание жирных кислот в экстрагируемых веществах (3.1), определенное данным методом и выраженное в виде олеиновой кислоты.

4 Сущность метода

Подготовленную кожу экстрагируют дихлорметаном. Растворитель выпаривают из экстракта, который затем высушивают при 102 °С. Затем может быть выполнен последующий анализ полученного экстракта для определения содержания свободных жирных кислот в коже.

5 Реагенты

Во время анализа используют только реагенты признанного аналитического качества.

5.1 Определение веществ, растворимых в дихлорметане

5.1.1 Дихлорметан, CAS № 75-09-2

Примечание — Дихлорметан, который используют для данного анализа, может быть извлечен и повторно использован после дистилляции.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Дихлорметан обладает токсическими свойствами и должен использоваться с осторожностью. Необходимо следовать инструкциям по обращению, предоставленным поставщиками.

5.2 Определение содержания свободных жирных кислот в коже

5.2.1 Смешанный растворитель, смесь равных объемов диэтилового эфира и 95 % (объемная доля) этанола, нейтрализованная 0,1 моль/л гидроксида натрия (в качестве индикатора используют фенолфталеин).

Если по какой-либо причине используют другие растворители, используемый растворитель или растворители должны быть указаны в протоколе испытаний.

5.2.2 Гидроксид натрия, 0,1 моль/л, стандартный раствор.

5.2.3 Индикаторный раствор фенолфталеина, 10 г/л, приготовленный в 95 % (объемная доля) этаноле.

При определении на растворах, окрашенных в темный цвет, отслеживанию конечной точки титрования может способствовать замена фенолфталеина на тимолфталеин или на щелочной голубой 6Б. Альтернативно, перед титрованием можно добавить к каждым 100 мл раствора фенолфталеина 1 мл 0,1 %-ного раствора метиленового синего. По возможности, в качестве предпочтительного варианта следует использовать фенолфталеин.

6 Аппаратура

6.1 Для проведения испытаний используют экстракционный аппарат Сокслета, включающий экстракционную колбу подходящей емкости и холодильник, или систему экстракции под давлением, включающую экстракционную колбу подходящей емкости, или любое другое проверенное оборудование, дающее результаты, аналогичные Сокслету.

6.2 Патроны из фильтровальной бумаги соответствующих размеров или соответствующие стеклянные фильтрующие тигли.

6.3 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (102 ± 2) °С.

6.4 Аналитические весы с точностью взвешивания 0,1 мг.

6.5 Эксикатор для охлаждения экстракционных сосудов.

6.6 Стекловата или хлопковая вата, или аналогичный материал.

Если используют хлопковую вату, ее следует предварительно экстрагировать в дихлорметане (5.1.1).

7 Отбор и подготовка образцов для испытаний

Отбор образцов проводят в соответствии с ISO 2418. Если отбор образцов в соответствии с ISO 2418 невозможен, то способ отбора образцов должен быть указан в протоколе испытаний. Кожу измельчают в соответствии с ISO 4044.

По возможности должны быть испытаны два образца.

8 Проведение испытания

8.1 Общие требования

На аналитических весах (6.4) взвешивают (10 ± 0,1) г или (5 ± 0,1) г (если определяют только растворимые вещества) подготовленного образца кожи и равномерно вдавливают его в патрон из фильтровальной бумаги или стеклянный фильтрующий тигель (6.2). Покрывают кожу тонким слоем стекловаты или хлопковой ваты, или аналогичного материала (6.6).

Высушивают экстракционную колбу (см. 6.1) с четырьмя стеклянными шариками в ней, нагревая в течение 30 мин при (102 ± 2) °С. Взвешивают после охлаждения в эксикаторе (6.5).

Если определение свободных жирных кислот не проводят, то в качестве альтернативы стеклянным шарикам можно использовать камни для кипения (кипелки).

Описаны две методики экстракции жировых веществ: 1) экстракция с использованием аппарата Сокслета (см. 8.2) и 2) экстракция с использованием системы экстракции под давлением (см. 8.3). В спорных случаях используют методику экстракции с использованием аппарата Сокслета. Сравнение результатов, полученных с использованием обеих методик, приведено в приложении А и приложении В.

8.2 Экстракция с использованием аппарата Сокслета

8.2.1 Испытуемый образец, подготовленный в соответствии с 8.1, помещают в экстракционный аппарат и начинают непрерывную экстракцию дихлорметаном (см. 8.2.2). После не менее 30 смен растворителя перегоняют дихлорметан из колбы, содержащей экстракт (см. 8.2.3).

Высушивают экстракт не менее 6 ч в сушильном шкафу (6.3) при температуре (102 ± 2) °С (если перед сушкой видны капли воды, добавляют 1—2 мл этанола). Охлаждают в течение 30 мин в эксикаторе, затем взвешивают.

8.2.2 Дихлорметан (5.1.1) также может растворять нежировые вещества в коже, например, серу. (Присутствие серы распознают по желтому осадку в колбе.) Поскольку сера вызывает затруднения, ее можно удалить следующим образом:

- растворяют экстракт в минимально возможном количестве диэтилового эфира и фильтруют через небольшой слой из хлопковой ваты (6.6) в предварительно взвешенную колбу;
- после тщательной промывки эфиром фильтра из хлопковой ваты эфир удаляют из экстракта в колбе путем дистилляции на горячей водяной бане без пламени;
- если сера снова выпадает в осадок, процедуру повторяют;
- после удаления диэтилового эфира колбу высушивают и взвешивают остаток.

8.2.3 Экстракт может быть использован для анализа, например, для определения кислотного числа и числа омыления жиров, или для определения содержания свободных жирных кислот в коже.

После удаления растворителя проэкстрагированную кожу можно использовать для определения растворимых в воде веществ в соответствии с ISO 4098 [1].

8.3 Экстракция с использованием системы экстракции под давлением

Испытуемый образец, подготовленный в соответствии с 8.1, помещают в экстракционный аппарат, наполняют дихлорметаном, как необходимо. Испытуемый образец кипятят при 180 °С в течение 40 мин. После этого перегоняют достаточное количество дихлорметана из колбы, содержащей экстракт, чтобы гарантировать, что экстракционный патрон очищен от растворителя. Затем экстракцию продолжают в течение еще 40 минут, при этом дистиллированный дихлорметан просачивается через испытуемый образец кожи и собирается в экстракционном сосуде ниже. Наконец, остаток дихлорметана перегоняют из колбы, содержащей экстракт (см. 8.2.2 и 8.2.3).

Высушивают экстракт не менее 6 ч в сушильном шкафу (6.3) при температуре (102 ± 2) °С (если перед сушкой видны капли воды, добавляют 1—2 мл этанола). После охлаждения в эксикаторе в течение 30 мин взвешивают.

8.4 Определение содержания свободных жирных кислот

Добавляют в колбу, содержащую взвешенный экстракт, полученный в соответствии с 8.2 или 8.3, 40 мл смешанного растворителя (5.2.1). Добавляют в колбу 0,5 мл раствора индикатора фенолфталеина (5.2.3).

Полностью растворяют экстракт, вращая колбу, нагревая при необходимости. Охлаждают и быстро титруют раствор 0,1 моль/л раствором гидроксида натрия (5.2.2), энергично встряхивая во время титрования, пока небольшое, но явное изменение цвета, сохраняющееся в течение 15 с, не покажет, что конечная точка достигнута.

9 Обработка результатов

9.1 Расчет веществ, экстрагируемых в дихлорметане

Вещества, экстрагируемые в дихлорметане, выражают в процентах к массе сухих веществ по формулам (1) и (2):

$$\frac{m_1}{m_0} \cdot 100 \cdot F, \tag{1}$$

где m_0 — масса испытуемой пробы, г;

m_1 — масса экстракта, г;

и

$$F = \frac{100}{100 - w}, \tag{2}$$

где w — массовая доля летучих веществ (в соответствии с ISO 4684), %.

Результат экстракции веществ в дихлорметане:

- среднее значение двух отдельных определений; или
- значение одной испытуемой пробы.

Значения округляют до первого десятичного знака.

9.2 Расчет содержания свободных жирных кислот

Содержание свободных жирных кислот, выраженное в виде олеиновой кислоты, $C_{18}H_{34}O_2$, выражают в процентах к массе по формуле (3):

$$\frac{V}{m_0} \cdot 2{,}82 \cdot F, \tag{3}$$

где V — объем раствора гидроксида натрия 0,1 моль/л, используемого при титровании, мл;

m_0 — масса испытуемой пробы, г;

F — см. 9.1.

И 1 мл 0,1 моль/л гидроксида натрия (5.2.2) будет титровать 0,0282 г олеиновой кислоты.

Результат содержания свободных жирных кислот:

- среднее значение двух отдельных определений; или
- значение одной испытуемой пробы.

Значения округляют до первого десятичного знака.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полную идентификацию образца;

c) характеристики используемого(ых) растворителя(ей);

d) содержание веществ, экстрагируемых в дихлорметане, и/или свободных жирных кислот, рассчитанное по 9.1 и 9.2;

e) сведения о любых отклонениях от процедуры испытаний или обстоятельствах, которые могли повлиять на результаты;

f) детали использованной процедуры экстракции.

Приложение А
(справочное)

Сравнение пяти образцов кожи

Проведено сравнение пяти образцов кожи для определения наблюдаются ли различия между системой экстракции под давлением и стандартной экстракцией с использованием аппарата Сокслета.

Результаты приведены в таблице А.1 и представляют собой среднее значение анализа в трех повторностях.

Таблица А.1 — Сравнительные данные по пяти различным образцам кожи

Образец	Аппарат Сокслета		Экстракция растворителем под давлением	
	Удаленный жир, %	Стандартное отклонение	Удаленный жир, %	Стандартное отклонение
Желтовато-коричневый	5,4	0,2	5,3	0,2
Бежевый	3,3	0,1	3,2	0,3
Светло-синий	10,0	0,2	9,4	0,1
Темно-синий	12,3	0,2	12,0	0,2
Черный	9,6	0,1	9,1	0,2

Приложение В
(справочное)

Повторяемость и воспроизводимость

В.1 Повторяемость

Результаты повторных испытаний, проводимых одним и тем же оператором в одной и той же лаборатории, не должны отличаться более чем на 0,2 % в пересчете на первоначальную массу кожи.

В.2 Воспроизводимость

Результаты двух испытаний, выполненных 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.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 2418	IDT	ГОСТ ISO 2418—2013 «Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Установление места отбора проб»
ISO 4044	IDT	ГОСТ ISO 4044—2014 «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний»
ISO 4684	IDT	ГОСТ ISO 4684—2015 «Кожа. Химические испытания. Метод определения содержания летучих веществ»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 4098 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)

УДК 677.014.6:006.354 МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, экстрагируемые вещества, дихлорметан, свободные жирные кислоты

Редактор *Е.В. Якубова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 10.12.2021. Подписано в печать 12.01.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ ISO 4048—2021 Кожа. Химические испытания. Определение содержания веществ, растворимых в дихлорметане, и свободных жирных кислот

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2022 г.)

gost.e-ecolog.ru