

КОЖА

ГОСТ
938.7—68

Метод определения содержания азота

Leather. Method of determination of nitrogen content

Взамен
ГОСТ 938—45
в части п. 58

МКС 59.140.30

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

с 01.07.68

Постановлением Госстандарта СССР от 20.11.91 № 1767 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на кожу всех видов и устанавливает метод определения содержания азота в пересчете на голые вещество.

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

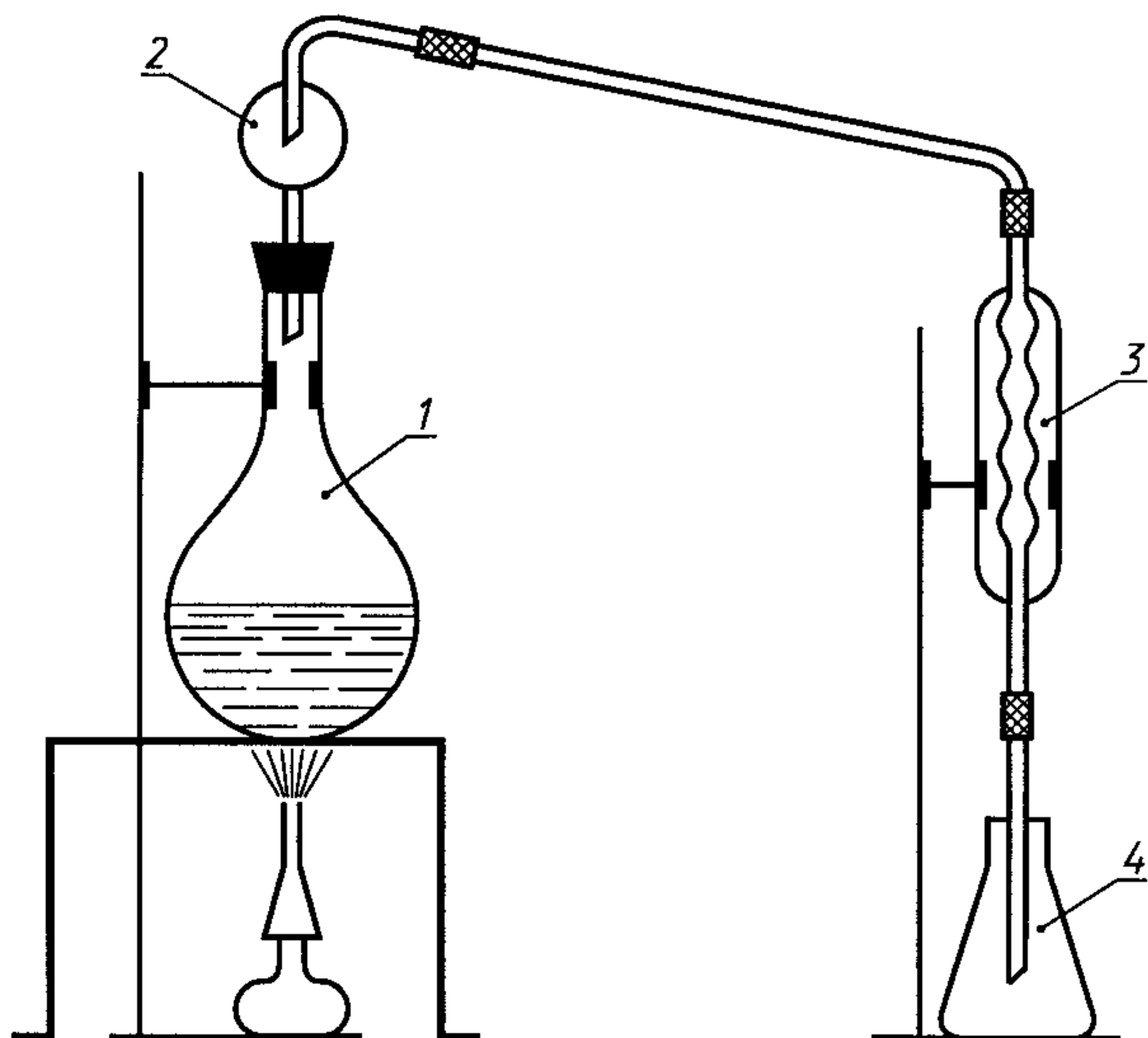
1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 938.0—75.

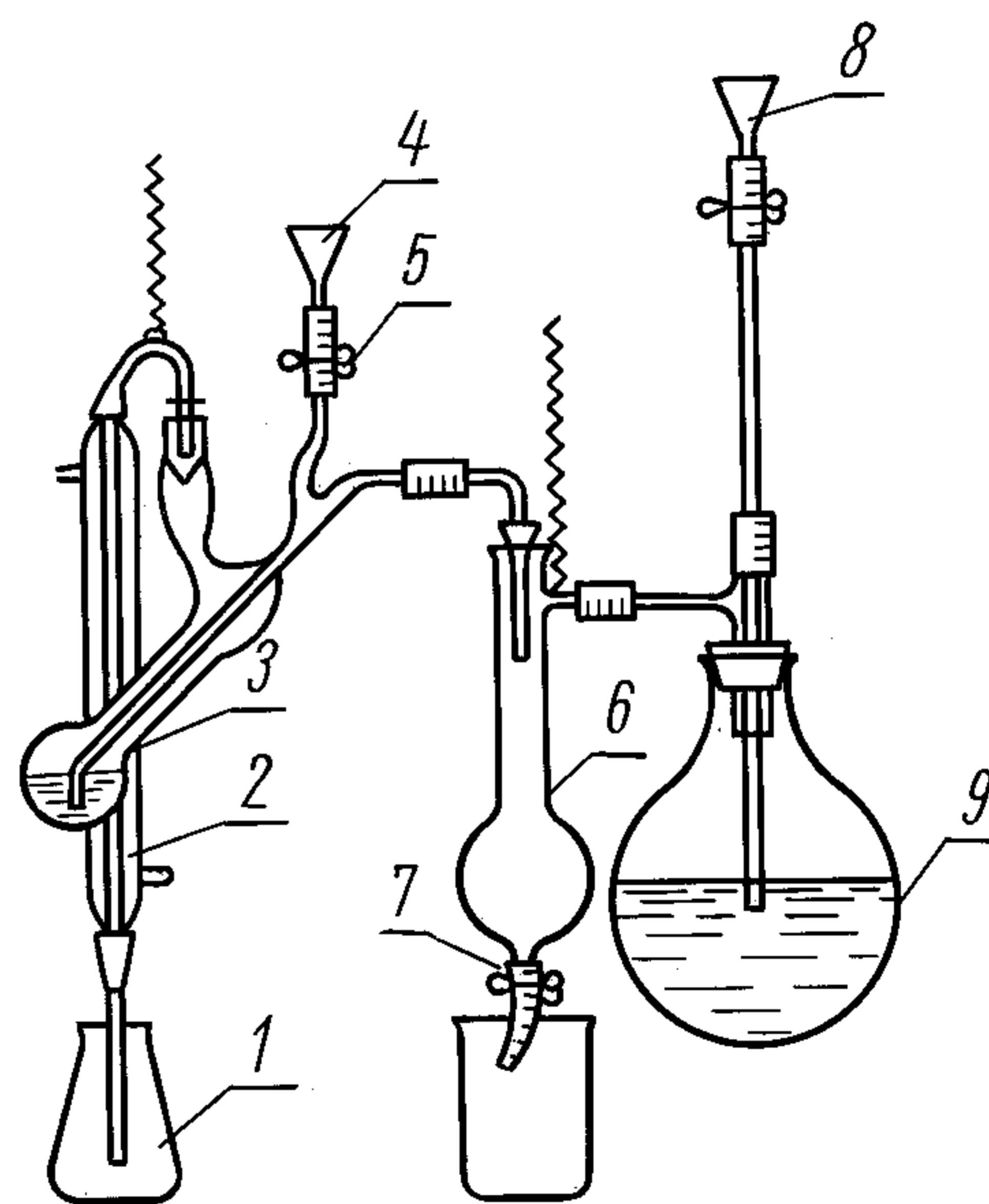
2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

- болталка (60 ± 5) об/мин;
- аппарат Кьельдаля (черт. 1);
- аппарат Парнаса—Вагнера (черт. 2);



Черт. 1



Черт. 2

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



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

весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г;
 набор лабораторных термометров типов ТЛ-2 (№ 2, 3), ТЛ-5 (№ 2, 3);
 часы электрические вторичные показывающие типов ВЧС1-М211В24Р-200—326К, ВЧ1-М2ПВ24Р-300—323К;
 колба коническая П-1000—31 по ГОСТ 19908—90 или Кн-1000—34 по ГОСТ 25336—82;
 каплеуловитель КО-60 ХС по ГОСТ 25336—82;
 холодильник шариковый ХШ-6 или ХШ-8 по ГОСТ 25336—82;
 колба коническая Кн-500—34 по ГОСТ 25336—82;
 колба Кьельдаля 1—250—29 ТХС по ГОСТ 25336—82;
 колбы мерные 1 (2)—100—2, 1 (2)—200—2, 1 (2)—1000—2 по ГОСТ 1770—74;
 цилиндры мерные 1 (3)—25, 1 (3)—100, 1 (3)—500 по ГОСТ 1770—74;
 пипетки 1—2—2, 2—2—25, 2—2—50 по ГОСТ 29169—91;
 бюретки 3—2—50 по ГОСТ 29252—91;
 воронка стеклянная В-100—150 ХС по ГОСТ 25336—82;
 воронка Бюхнера 4 (5) по ГОСТ 9147—80;
 колба для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336—82;
 банка стеклянная вместимостью 200—250 см³, плотно закрываемая крышкой или резиновой пробкой;
 вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;
 кислота серная по ГОСТ 4204—77, 15 %-ный раствор плотностью 1,105 г/см³;
 калий серноокислый безводный по ГОСТ 4145—74 или натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166—76;
 селен металлический по ТУ 6—09—5358—87;
 медь серноокислая безводная по ТУ 6—09—4525—77;
 метиловый красный по ТУ 6—09—4070—75;
 метиленовый голубой по ТУ 6—09—29—76;
 натрия гидрат окиси по ГОСТ 4328—77, 40 %-ный раствор;
 кислота борная по ГОСТ 9656—75, 4 %-ный раствор;
 калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 50 %-ный раствор;
 натрий серноватистоокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствор;
 медь хлорная (двухлористая) по ГОСТ 4167—74;
 натрий тетраборнокислый (бура) по ГОСТ 4199—76;
 натрий фосфорнокислый трехзамещенный по ГОСТ 9337—79;
 кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61—75;
 крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76;
 бумага фильтровальная лабораторная марки ФОС по ГОСТ 12026—76.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Пробы кож измельчают по ГОСТ 938.0—75.

3.2. Смешанный индикатор готовят следующим образом: к 1 дм³ 4 %-ного раствора борной кислоты приливают 2 см³ раствора смеси индикаторов, состоящей из 0,06 % метилового красного и 0,04 % метиленового голубого в 96 %-ном этиловом спирте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Суспензию фосфата меди готовят следующим образом: 11,2 г $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 см³ дистиллированной воды; 54,8 г $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 200 см³ воды. Оба раствора фильтруют. Раствор меди приливают тонкой струей при помешивании к раствору фосфора. Образовавшуюся суспензию фильтруют через воронку Бюхнера, при отсасывании заливают равным количеством боратного буфера и снова отсасывают. Эту операцию повторяют еще раз и оставшийся осадок заливают 500 см³ боратного буферного раствора, в котором растворено 30 г безводного сульфата натрия.

Перед применением суспензию необходимо взболтать. Срок годности суспензии — до одного месяца.

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

3.4. Буферный раствор готовят следующим образом: 19,1 г $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 250 см³ горячей дистиллированной воды в измерительной колбе вместимостью 1000 см³, охлаждают и доводят объем раствора до метки. Раствор имеет рН 9,2.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску измельченной кожи ($0,5 \pm 0,05$) г, взвешенную на аналитических весах с точностью до 0,0001 г, помещают в сухую банку вместимостью 200—250 см³ и заливают 50 см³ дистиллированной воды, нагретой до (60 ± 2) °С. Банку вставляют в футляр из непроклеенной бумаги и взбалтывают на болталке в течение 8 мин. После этого вытяжку фильтруют через складчатый фильтр. Оставшуюся в банке кожу промывают два-три раза водой, нагретой до 60 °С, и количественно переносят на фильтр, после чего дают жидкости стечь. Воронку с фильтром и пробой подсушивают в сушильном шкафу 20—25 мин при 110—130 °С.

4.2. Навеску кожи с фильтром помещают в колбу Кьельдаля вместимостью 200 см³, приливают 20 см³ концентрированной серной кислоты, прибавляют 5 г смеси безводного сернокислого калия (или натрия) с порошком селена (100:1). Вместо селена можно применять любой катализатор, дающий аналогичные результаты (медь сернокислую безводную, медную проволоку и др.). Далее производят сжигание на электроплитке или газовой горелке, постепенно повышая температуру до прекращения дальнейшего осветления раствора. Параллельно проводят контрольный опыт со всеми компонентами, кроме кожи.

4.3. После охлаждения раствора до комнатной температуры проводят отгонку аммиака. Для этого к охлажденной жидкости в колбе Кьельдаля осторожно по стенке приливают небольшое количество дистиллированной воды, взбалтывают и содержимое сливают без потерь в отгоночную колбу вместимостью 1 дм³. Колбу Кьельдаля ополаскивают дистиллированной водой еще 3—4 раза (проверка метиловым оранжевым), сливают воду в ту же отгоночную колбу и объем в колбе доводят до (400 ± 20) см³. Затем в отгоночную колбу для избежания толчков при кипении прибавляют битый фарфор или тальк, устанавливают колбу в электрический колбонагреватель или на сетку (при пользовании газовой горелкой) и включают в отгоночный аппарат.

Аппарат Кьельдаля (черт. 1) состоит из следующих элементов: отгоночной плоскодонной колбы 1, каплеуловителя 2, холодильника (обратный с 4—5 шариками) 3 и приемной конической колбой 4. К нижнему концу холодильника с помощью каучука присоединяют отрезок стеклянной трубки, конец которой должен быть погружен в раствор, находящийся в приемной колбе. В приемную колбу вливают 50 см³ раствора борной кислоты со смесью индикаторов.

В отгоночную колбу, приоткрывая пробку с насадкой, вливают осторожно по стенке 50—75 см³ 40 %-ного раствора едкого натра (проверка метиловым оранжевым), после чего колбу быстро закрывают, в холодильник пускают воду и начинают процесс отгонки. Начальный период отгонки должен проводиться медленно, без бурного выделения пузырьков в приемной колбе. Продолжительность отгонки 1,5 ч. За это время перегоняется приблизительно 150—200 см³ жидкости.

Перед окончанием отгонки приемник отодвигают в сторону так, чтобы конец приводящей трубки вышел наружу из раствора кислоты в приемной колбе. При таком положении приемной колбы отгонка продолжается еще около 5 мин. После этого нагрев прекращают и из промывалки промывают конец приводящей трубки (снаружи) дистиллированной водой, собирая ее в приемник. Отогнанный аммиак в приемной колбе оттитровывают 0,1 н. раствором соляной или серной кислоты. Окончание титрования характеризуется резким переходом (в пределах двух капель) от ярко-зеленой окраски к отчетливо фиолетовой.

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Отгонку аммиака можно осуществить также в аппарате Парнаса—Вагнера (черт. 2). Для этого производят взбалтывание и сжигание измельченной навески кожи около 1 г с 20 см³ концентрированной серной кислоты (пп. 4.1 и 4.2). Полученный раствор количественно переводят в измерительную колбу вместимостью 100 см³ и после охлаждения доводят объем до метки дистиллированной водой.

Пипеткой отбирают 25 см³ испытуемого раствора, вводят через воронку 4 в отгоночную колбу 3 и цилиндром добавляют 20 см³ 40 %-ного едкого натра. Воронку 4 ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды и закрывают кран 5. Затем закрывают кран 7 и проходящий через аппарат пар (парообразователь 9 с воронкой 8 и предохранительной колбой 6) вытесняет аммиак из отгоночной колбы 3 через холодильник 2 в приемную колбу 1, в которую налито 50 см³ борной кислоты со смешанным индикатором. Перед прекращением отгонки приемную колбу

опускают так, чтобы конец холодильника не был погружен в жидкость, и так продолжают отгонку еще около 2 мин.

Конец холодильника ополаскивают дистиллированной водой и содержимое приемной колбы титруют 0,1 н. раствором соляной или серной кислоты до перехода зеленой окраски раствора в фиолетовую.

Продолжительность отгонки — около 15 мин с начала кипения жидкости в отгоночной колбе. Для подготовки аппарата к последующей отгонке отгоночную колбу промывают дистиллированной водой.

4.5. При анализе кож, выдубленных или наполненных производными мочевины (диметилломочевина, мочевиноформальдегидные соединения, карбамидуротропиновые препараты), конденсирующиеся на волокнах кожи в виде нерастворимых смол, определение азота следует производить по нижеследующей методике.

Навеску измельченной кожи около 3 г, взвешенную на аналитических весах, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 80 см³ 15 %-ного раствора серной кислоты и ставят в сушильный шкаф для кислотного гидролиза. При достижении в шкафу 100—105 °С колбу с гидролизатом накрывают стеклянным колпачком и отмечают время начала гидролиза. Продолжительность гидролиза 20—24 ч. В течение 7—8 ч с начала гидролиза периодически через 1—1,5 ч содержимое колбы перемешивают. В последующее время колба остается во включенном сушильном шкафу при температуре 100—105 °С.

По окончании гидролиза колбе дают остыть до комнатной температуры, после чего гидролизат фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 см³ и промывают осадок на фильтре кипящей дистиллированной водой до получения объема 160 см³. Фильтрат охлаждают и нейтрализуют раствором едкого натра, который готовят растворением 11,5 г NaOH в минимальном количестве воды. Нейтрализацию проводят до pH, равного 7—9 (по индикаторной бумажке). Затем содержимое колбы охлаждают, доводят до метки водой, взбалтывают, отбирают пипеткой 50 см³ раствора и заливают в колбу, в которую предварительно налито 25 см³ хорошо перемешанной суспензии фосфата меди.

Содержимое колбы оставляют на 10 мин, периодически перемешивая. Образующиеся при этом комплексные соединения меди с аминокислотами окрашены в различные цвета в зависимости от метода дубления анализируемых кож.

Раствор фильтруют через сухой складчатый фильтр, затем отбирают пипеткой 50 см³, в коническую колбу вместимостью 300 см³, вводят 5 см³ ледяной уксусной кислоты, перемешивают, добавляют 20 см³ раствора йодистого калия, накрывают стеклом, ставят в темное место на 5 мин и титруют тиосульфатом в присутствии крахмала.

4.6. Допускается проводить испытание по ИСО 5397—84 в соответствии с приложением.
(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

5.1. Вычисление проводят исходя из того, что 1 см³ 0,1 н. раствора кислоты соответствует 0,0014 г азота.

5.2. Содержание гольевого вещества (X_r) в процентах в аппарате Кьельдаля вычисляют по формуле

$$X_r = \frac{(n - n_1) \cdot f \cdot 0,0014 \cdot f_k \cdot 100}{m},$$

где n — количество 0,1 н. раствора соляной или серной кислоты, израсходованное на титрование, в см³;

n_1 — количество 0,1 н. раствора соляной или серной кислоты, израсходованное на титрование раствора контрольного опыта, в см³;

f — поправочный коэффициент для 0,1 н. раствора кислоты;

f_k — коэффициент пересчета содержания азота в граммах на гольево вещество в г;

m — навески кожи в г.

Переводные коэффициенты f_k равны:

5,62 — для кож из опойка и выростка, шкур крупного рогатого скота, лошадей, свиней;

5,75 — для кож из шкур коз и оленей;

5,85 — для кож из шкур овец.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Содержание гольевого вещества (h_1) в процентах в аппарате Парнаса—Вагнера вычисляют по формуле

$$h_1 = \frac{(n - n_1) \cdot f \cdot 0,0014 \cdot f_k \cdot K \cdot 100}{m},$$

где n — количество 0,1 н. раствора соляной или серной кислоты, израсходованное на титрование, в см³;

n_1 — количество 0,1 н. раствора соляной или серной кислоты, израсходованное на титрование раствора контрольного опыта, в см³;

f — поправочный коэффициент для 0,1 н. раствора кислоты;

f_k — коэффициент пересчета содержания азота в граммах на гольевое вещество в г;

K — коэффициент разбавления;

m — навеска кожи в г.

5.4. Содержание гольевого вещества (h_2) в процентах при анализе кож, выдубленных или наполненных производными мочевины, вычисляют по формуле

$$h_2 = \frac{n \cdot f \cdot 0,02105 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где n — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, затраченное на титрование, в см³;

f — поправочный коэффициент для 0,1 н. раствора тиосульфата;

0,02105 — коэффициент для вычисления содержания гольевого вещества, установленный эмпирически;

K — коэффициент разбавления, получаемый

$$K = \frac{200(50 + 25)}{50 \cdot 50} = 6 \text{ (50 см}^3 \text{ гидролизата + 25 см}^3 \text{ суспензии);}$$

m — навеска кожи в г.

5.5. Определение содержания азота проводят по трем параллельным навескам кожи. Результатом определения считают среднее арифметическое трех параллельных определений, если отклонение от среднего арифметического значения каждых двух параллельных результатов не превышает $\pm 0,4$ абс. %.

Если отклонение от среднего арифметического двух параллельных определений превышает $\pm 0,4$ абс. %, то результатом определения считают среднее арифметическое двух параллельных наиболее близких между собой показателей. При наличии отклонений свыше нормы в двух из трех случаев анализ должен быть повторен.

5.6. Результат определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до одного десятичного знака.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ ИСО 5397—84 КОЖА. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТА И ГОЛЬЕВОГО ВЕЩЕСТВА. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Введение

Определение понятия «гольевое вещество», исходя из содержания азота, основано на том факте, установленном Шредером и Пэсслером, что сухое голье, очищенное от жира и зольных веществ, содержит практически постоянное количество азота для некоторых типов животных, немного различающееся в зависимости от вида животных.

1. Предмет и область применения

Настоящим международным стандартом определяется титриметрический метод определения содержания азота и «гольевого вещества» кожи.

Метод применим ко всем типам кожи независимо от способа их дубления.

Примечание. Другие азотсодержащие продукты (например, некоторые продукты фиксации или синтетические дубильные вещества, некоторые катионные жирные вещества или красители) искажают значения «гольевого вещества». В присутствии этих веществ невозможно получить точное значение «гольевого вещества».

2. Ссылки

- ИСО 385 — Лабораторная стеклянная посуда. Бюретки.
 ИСО 2418 — Кожа. Лабораторные образцы. Размещение и идентификация.
 ИСО 2588 — Кожа. Отбор образцов. Количество отдельных элементов для общего образца.
 ИСО 4044 — Кожа. Подготовка образца к химическим опытам.

3. Определение понятия

В рамках настоящего международного стандарта используется следующее определение.

Гольево вещество — азотистые вещества, рассчитываемые умножением значения содержания азота на коэффициент 5,62.

4. Принцип

Разложение образца по методу Кьельдаля. Дистилляция аммиака обычным методом. Определение азота титрованием аммиака с помощью серной или соляной кислоты, в присутствии в качестве индикатора фенолфталеина.

5. Реактивы

В процессе анализа используют только реактивы признанного аналитического качества и дистиллированную воду или воду эквивалентной степени чистоты.

5.1. Дымящаяся серная кислота (7 % свободной SO_3 по массе) или серная кислота (98 % по массе).

5.2 Катализирующая смесь

Можно использовать любую катализирующую смесь.

Примеры:

- а) 100 мг CuSO_4 (безводный),
 6—8 г K_2SO_4 (безводный);
 б) 10 г селена,
 25 г CuSO_4 (безводный),
 350 г K_2SO_4 (безводный).

Катализатор готовят заранее (предпочтительно смешиванием в шаровом измельчителе) и используют из расчета примерно 5 г катализатора на 3 г пробы.

5.3. Борная кислота, водный раствор, без бората, содержащая по возможности растворимый индикатор, например в $1 \text{ дм}^3 2 \text{ см}^3$ раствора индикатора:

0,06 % (по массе) красного метила и 0,04 % (по массе) синего метилена в эталоне (96 % по объему).

5.4. Гидроксид натрия, раствор (35 % по массе).

5.5. Серная кислота, титрованный раствор, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ или соляная кислота, титрованный раствор, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$.

5.6. Фенолфталеин, раствор индикатора 20 г/дм^3 в этаноле (50 % по объему).

6. Оборудование

Обычное лабораторное оборудование и в особенности

6.1. Колба Кьельдаля вместимостью 230—300 см^3 в случае использования внешнего парогенератора для дистилляции.

6.2. Соответствующее устройство для дистилляции.

6.3. Бюретка с соответствующей градуировкой, отвечающая требованиям ИСО 385.

7. Отбор образцов

7.1. Целые куски кожи

При отсутствии какой-либо договоренности между заинтересованными сторонами необходимо работать в соответствии со способом, определенным в ИСО 2588 для отбора образцов из партии.

Отбирать образцы нужно из кусков, как указано в ИСО 2418.

7.2. Другие способы.

Производят отбор образцов, как указано в спецификации или соответствующем соглашении.

8. Проведение работы

8.1. Отбор пробы

Взвешивают с точностью до 0,001 г 3 г образца измельченной кожи (2 г в случае хромированной кожи), подготовленной в соответствии с ИСО 4044, в небольшом сосуде для взвешивания и количественно переносят в колбу Кьельдаля (п. 6.1), слегка постукивая по дну сосуда (п. 10.2).

8.2. Холостой опыт

Параллельно определению в соответствии с тем же способом работы проводят холостой опыт, используя те же реактивы, что и при определении.

8.3. Определение

Добавляют к пробе (п. 8.1) в колбе Кьельдаля 30 см³ серной кислоты (п. 5.1) и около 5 г катализирующей смеси (п. 5.2). Нагревают до кипения сначала на небольшом огне, затем пламя увеличивают и продолжают кипение в течение 1 ч после полного окисления углерода.

При использовании внешнего парогенератора оставляют полученную смесь до охлаждения и разбавляют примерно 50 см³ воды. Охлаждают и переливают в дистилляционную колбу (п. 6.2). Промывают колбу Кьельдаля дважды с использованием каждый раз примерно 20 см³ воды. В случае необходимости разбавляют еще небольшим количеством воды, добавляют несколько капель раствора фенолфталеина (п. 5.6), проводят подщелачивание избытком (примерно 70 см³) раствора гидроокиси натрия (п. 5.4) и перегоняют с паром. Вариант проведения предусматривает в случае реакции с катализатором в колбе Кьельдаля вместимостью 700 см³ охлаждение, разбавление 250 см³ воды добавлением нескольких кусочков препарата, предотвращающего резкие колебания и несколько капель фенолфталеина, подщелачивание избытком (примерно 70 см³) раствора гидроокиси натрия. Соединяют колбу с вертикальным охладителем с помощью двухколенчатой трубки с шаровидным (предпочтительно) наконечником.

Необходимо продистиллировать аммиак и водяной пар в приемник, содержащий 100 см³ насыщенного раствора борной кислоты с добавкой индикатора (п. 5.3). Погружают трубку охладителя в раствор борной кислоты. Продистиллированный аммиак изменяет цвет индикатора на зеленый.

Продолжают дистилляцию до получения 150—200 см³ дистиллята. Перед окончанием дистилляции опускают приемник так, чтобы трубка охладителя не была погружена в дистиллят. Продолжают дистилляцию еще в течение 3 мин, после чего край трубки охладителя споласкивают водой.

Титруют аммиак раствором серной или соляной кислоты (п. 5.5) до рН 4.6. Если использовать индикатор, упомянутый в п. 5.3, то титровать следует до появления устойчивой бледно-розовой окраски.

Определение проводят два раза.

9. Выражение результатов

9.1. Способ расчета

9.1.1. Содержание азота N , выраженное в процентах по массе, вычисляют по формуле

$$N = \frac{V}{m} \cdot 0,7, \quad (1)$$

где V — объем в кубических сантиметрах титрованного раствора серной или соляной кислоты (п. 5.5), используемый для титрования и корректируемый с учетом холостого опыта (п. 8.2);

m — масса пробы, г (п. 8.1).

За конечный результат берется среднее из двух определений, если выполняются условия повторяемости (п. 9.2), которое выражается десятичным числом.

9.1.2. «Гольевое вещество» (H), выраженное в процентах по массе, вычисляют по формуле

$$H = N \cdot 5,62, \quad (2)$$

где N имеет то же значение, что и в п. 9.1.1.

9.2. Результаты двух определений, проведенных одним и тем же лицом в одной лаборатории, не должны различаться более чем на 0,1 % (расчет на основе массы кожи, составляющей пробу).

10. Замечания

10.1. Если соблюдать указанную массу пробы и способ выполнения анализа титрования с раствором кислоты в соответствии с п. 5.5, то конечная точка титрования является точной и определенной.

10.2. Определение можно также провести с 0,5 г кожи, взвешенной с точностью около 0,0002 г, с 15—20 см³ дымящейся или концентрированной серной кислоты (п. 5.1) и 2,5 г катализирующей смеси (п. 5.2).

Титрование аммиака в этом случае проводится с использованием раствора кислоты концентрацией в пять раз слабее той, что указана в п. 5.5.

11. Протокол проведения опыта

Протокол проведения опыта должен содержать следующее:

- а) указание на настоящий международный стандарт;
- б) полную идентификацию образца;
- в) результаты, а также форму их выражения;
- г) отчет о всех особенностях в ходе опыта;
- д) отчет о всех операциях, не предусмотренных настоящим международным стандартом или международными стандартами, на которые сделаны ссылки, или о всех факультативных операциях.

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