ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17072-2— 2015

КОЖА

Химическое определение содержания металлов

Часть 2

Общее содержание металлов

ISO 17072-2:2011
Leather — Chemical determination of metal content — Part 2: Total metal content (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 501-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17072-2:2011 «Кожа. Химическое определение содержания металлов. Часть 2. Общее содержание металлов» (ISO 17072-2:2011 «Leather — Chemical determination of metal content — Part 2: Total metal content»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных и европейских региональных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2015

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 . . . 2
3 Принцип . . . 2
4 Реактивы . . . 2
5 Аппаратура и материалы . . . 3
6 Отбор проб и подготовка образцов . . . 3
7 Инструментальная процедура . . . 4
8 Расчет и представление результатов . . . 5
9 Протокол испытаний . . . 5
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных и европейских региональных стандартов национальным стандартам Российской Федерации . . . 6
Библиография . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА

Химическое определение содержания металлов

Часть 2

Общее содержание металлов

Leather. Chemical determination of metal content. Part 2. Total metal content

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод анализа общего содержания металла в коже с использованием ее разложения (минерализации) и последующего определения с помощью оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) или масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС), или с помощью атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС) или атомно-флуоресцентной спектроскопии (АФС).

Данный метод определяет общее содержание металла в коже и не является специфичным к составу соединений и состоянию окисления металлов.

Данный метод применим к определению следующих металлов:

алюминий (Al);
сурьма (Sb);
мышьяк (As);
барий (Ba);
кадмий (Cd);
кальций (Ca);
хром (Cr) (за исключением кож, дубленных хромом);
кобальт (Co);
медь (Cu);
железо (Fe);
свинец (Pb);
магний (Mg);
марганец (Mn);
ртуть (Hg);
молибден (Mo);
никель (Ni);
калий (K);
селен (Se);
кремний (Si);
натрий (Na);
олово (Sn);
титан (Ti);
цинк (Zn);
цирконий (Zr).

Предел количественного определения общего свинца составляет 8 мг/кг (см. приложение А).

Настоящий стандарт не применим к кожам, дубленным хромом. В этом случае используют какой-либо из стандартов: ИСО 5398-1, ИСО 5398-2, ИСО 5398-3 или ИСО 5398-4.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

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

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

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

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

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

ИСО 11885:2007 Качество воды. Определение некоторых элементов методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) [ISO 11885:2007 Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)]

ИСО 15586:2003 Качество воды. Определение следов металлов с использованием атомно-абсорбционной спектрометрии с графитовой печью (ISO 15586:2003 Water quality — Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace)

ИСО 17294-2:2003 Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Часть 2. Определение 62 элементов (ISO 17294-2:2003 Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 2: Determination of 62 elements)

ИСО 17852:2006 Качество воды. Определение ртути. Метод, использующий атомно-флуоресцентную спектрометрию (ISO 17852:2006 Water quality — Determination of mercury — Method using atomic fluorescence spectrometry)

ЕН 14602:2012 Обувь. Методы испытаний для оценки экологических критериев (EN 14602:2012 Footwear — Test methods for the assessment of ecological criteria)

3 Принцип

Озоление образца измельченной кожи (см. ИСО 4044) проводят с использованием смеси трех кислот или микроволнового озоления до тех пор, пока не будет достигнута полная минерализация. Остаток растворяют водой и анализируют с помощью ААС или ИСП.

Результаты относят к сухой массе кожи.

Если отбор проб в соответствии с ИСО 2418 невозможен (например, отбор проводят из готовых, прошедших отделку изделий, таких как обувь и одежда), подробности отбора проб должны быть представлены в протоколе испытаний.

4 Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Поскольку для подготовки образцов применяют концентрированные кислоты, необходимо в обязательном порядке использовать все средства индивидуальной защиты.

4.1 Общие положения

Если не установлены другие требования, используют химические реактивы для аналитических целей. Все применяемые растворы на водной основе.

4.2 Азотная кислота концентрацией от 60 % до 70 % (по массе).

4.3 Серная кислота (H_2SO_4) концентрацией 98 % (по массе).

4.4 Хлорная кислота концентрацией от 60 % до 70 % (по массе).

4.5 Исходные растворы элементов различных металлов с массовыми концентрациями 1000 мг/л каждый.

4.6 Соляная кислота (HCl), 37 %.

4.7 Вода степени чистоты 3 в соответствии с ИСО 3696.

5 Аппаратура и материалы

5.1 Общие положения

Вся стеклянная посуда, аналитические приборы и материалы, включая фильтры, должны быть пригодными для анализа следов металлов.

Используют стандартную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую:

5.2 Лабораторную печь, способную поддерживать температуру (102 ± 2) °С.

5.3 Аналитические весы точностью до 0,1 мг.

5.4 Нагревательную аппаратуру для колб Кьельдаля, оборудованных устройствами для удаления дыма.

5.5 Используемые для озоления длинногорлые колбы Кьельдаля объемом 1 л, с обратным холодильником.

5.6 Мембранные фильтры и держатели, подходящие для фильтрации водных растворов, размерами пор 0,45 мкм.

5.7 Систему вакуумной фильтрации для мембранных фильтров.

5.8 Магнитную мешалку.

5.9 Стеклянные шарики для кипячения.

5.10 Оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) (см. ИСО 11885) с модулем гидридного генератора. Используемые газы должны быть аналитической степени чистоты.

5.11 Атомно-абсорбционный спектрометр (ААС), плазменный или с графитовой печью (см. ИСО 15586), с модулем гидридного генератора, подходящей лампой с полым катодом и головкой горелки, использующей закись азота или высококонцентрированную окись азота. Используемые газы должны быть аналитической степени чистоты.

5.12 Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) (см. ИСО 17294-2). Используемые газы должны быть аналитической степени чистоты.

5.13 Атомно-флуоресцентный спектрометр (АФС) для анализа ртути.

6 Отбор проб и подготовка образцов

6.1 Если образец кожи, предназначенный для испытаний, представляет собой целую шкуру или кожу, то образцы для испытаний отбирают в соответствии со стандартными процедурами, приведенными в ИСО 2418. Если отбор проб в соответствии с ИСО 2418 невозможен (например, при отборе из отделанных готовых изделий, подобных обуви или одежде), подробности отбора проб представляют в протоколе испытаний.

6.2 Измельчают образец кожи в соответствии с ИСО 4044. Влажные образцы для испытаний (влажность выше 30 %) предварительно высушивают в течение не менее 12 ч при температуре не более (50 ± 2) °С. Температуру сушки следует выбирать с учетом воздействия повышенной температуры на вещества, содержащие элемент, определяемый при анализе (должно быть исключено испарение веществ, содержащих определяемый металл).

6.3 Определяют содержание сухого вещества в соответствии с ИСО 4684. Эта же проба измельченной кожи может быть использована для разложения в 6.5.

6.4 Используя аналитические весы (см. 5.3), аккуратно взвешивают 1 г измельченной кожи с точностью до 0,001 г и помещают эту навеску в длинногорлую колбу Кьельдаля для осуществления мокрого озоления.

6.5 Подготавливают образец, используя метод озоления для Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mo, Na, Ni, Pb, Si, Sn, Ti, Zn, Zr, As, Se, Sb, Hg.

Если для обнаружения Pb используется кислотное озоление (см. 6.5.1), то процедуру озоления необходимо проводить отдельно, с заменой H_2SO_4 на HCl.

6.5.1 Кислотное озоление

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Необходимо, чтобы образец кожи не находился в непосредственном контакте с хлорной кислотой, из-за возможности возникновения взрывной реакции.

Помещают образец измельченной кожи в колбу Кьельдаля (см. 5.5), добавляют, используя мерный цилиндр, от 10 до 20 мл тройной смеси азотной (см. 4.2), серной (см. 4.3) и хлорной (см. 4.4) кислот в соотношении 3:1:1 и небольшое количество стеклянных шариков для кипячения (см. 5.9). Устанавливают воронку или каплеуловитель в горло колбы и нагревают смесь до кипения на проволочной решетке при умеренном пламени. Оставляют смесь для продолжения реакции на нагревательной аппаратуре (см. 5.4) до завершения озоления и исчезновения бурых паров двуокиси азота. В случае неполного озоления дают колбе остыть, добавляют дополнительно от 10 до 20 мл тройной смеси и повторяют процедуру.

Дают колбе остыть, разбавляют содержимое 30 мл дистиллированной воды, при необходимости фильтруют, затем переносят фильтрат в мерную колбу объемом 100 мл. Дистиллированной водой в объеме 30 мл тщательно промывают фильтр и колбу, используемую для озоления. Затем эту воду сливают в мерную колбу и доливают до метки.

Чтобы проконтролировать загрязнения, необходимо провести холостую процедуру. Аликвоту смеси кислот помещают в пустой контейнер для образца и в дальнейшем рассматривают как полноценный образец во всех аспектах, включая аналитические процедуры.

6.5.2 Микроволновое озоление

Образец для анализа может быть подготовлен также с использованием метода озоления с помощью СВЧ излучения. При использовании этого метода применяют подходящую процедуру, изложенную в ЕН 14602.

7 Инструментальная процедура

7.1 Анализ с помощью ИСП, ААС и АФС

Подготавливают стандартные контрольные растворы необходимых металлов в соответствии с ИСО 11885 или ИСО 15586, следя за тем, чтобы концентрация кислоты была того же порядка, как и в образце. Для калибровки подготавливают не менее четырех стандартных контрольных растворов и один калибровочный холостой.

7.1.1 ИСП

Раствор фильтрата можно анализировать непосредственно, при условии, что он содержит концентрацию анализируемых металлов в пределах обнаружения. В противном случае раствор должен быть разбавлен соответствующим образом.

7.1.1.1 ИСП-ОЭС

Настраивают оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) (см. 5.10) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендованные установки, указанные в ИСО 11885.

Анализируют фильтрат в сравнении с эталонными растворами металлов с известной концентрацией, используя ИСП-ОЭС (см. 5.10) на характеристической длине волны каждого индивидуального элемента, в исходном состоянии или после необходимого разбавления.

7.1.1.2 ИСП-МС

Настраивают масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС) (см. 5.12) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендованные установки, указанные в ИСО 17294-2.

Анализируют фильтрат в сравнении с эталонными растворами металлов с известной концентрацией, используя ИСП-МС (см. 5.12) на характеристической массе каждого индивидуального элемента, в исходном состоянии или после необходимого разбавления.

7.1.2 ААС

Подготавливают атомно-абсорбционный спектрометр (см. 5.11), следуя инструкциям изготовителя, и используют рекомендованные установки, указанные в ИСО 15586.

7.2 Анализ с помощью гидридной техники

Определение As, Sb, Sn, Se и Hg может быть проведено с использованием гидридного генератора в соответствии с инструкциями изготовителя.

7.3 Анализ с помощью метода АФС

Анализ Hg может быть проведен с использованием метода АФС. В этом случае необходимо использовать процедуру, изложенную в ИСО 17852.

8 Расчет и представление результатов

Результат выражают установлением массовой доли (содержания) анализируемого металла, в миллиграммах на килограмм (мг/кг), рассчитанной относительно сухой массы кожи по формуле

$$w_x = \frac{w_{x,i}}{m} \cdot V_1 \cdot F_d,$$

где w_x — массовая доля металла в коже, выраженная в миллиграммах на килограмм (мг/кг) анализируемого продукта и округленная с точностью до первого десятичного знака;

$w_{x,i}$ — концентрация изучаемого металла, обнаруженного инструментом, мг/л;

m — сухая масса образца, рассчитанная в соответствии с ИСО 4684, г;

V_1 — объем мерной колбы, использованной при озолении, мл;

F_d — фактор разведения.

Если требуется, возможно приводить результаты, рассчитанные относительно сухой, обезжиренной массы образца кожи. Подробности указывают в протоколе испытаний.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать по крайней мере следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) описание испытуемого образца кожи;

c) результаты определения сухого вещества;

d) результаты, полученные для общего количества металла, мг/кг;

e) подробности любых отклонений от настоящего метода испытаний.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Таблица А.1 — Межлабораторные испытания свинца: статистическая оценка результатов

Параметр	ИСО 5725-2:1994	ИСО 5725-5:1998
Число участвующих лабораторий	8	8
Общее среднее значение	162,31	163,48
Стандартное отклонение повторяемости	5,216	5,498
Относительное стандартное отклонение повторяемости	3,21	3,36
Стандартное отклонение между лабораториями	27,5	64
Стандартное отклонение воспроизводимости	28,053	29,093
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости	17,28	17,80
Фактор повторяемости	14,76	15,56
Фактор воспроизводимости	79,39	82,33

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных и европейских региональных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного, европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 2418:2002	—	*
ИСО 3696:1987	—	*
ИСО 4044:2008	—	*
ИСО 4684:2005	—	*
ИСО 11885:2007	—	*
ИСО 15586:2003	—	*
ИСО 17294-2:2003	—	*
ИСО 17852:2006	—	*
ЕН 14602:2012	—	*

* 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.

Библиография

[1] ISO 5398-1 Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 1: Quantification by titration (ИСО 5398-1 Кожа. Химическое определение содержания окиси хрома. Часть 1. Количественное определение титрованием)

[2] ISO 5398-2 Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 2: Quantification by colorimetric determination (ИСО 5398-2 Кожа. Химическое определение содержания окиси хрома. Часть 2. Количественное определение с помощью колориметрии)

[3] ISO 5398-3 Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 3: Quantification by atomic absorption spectrometry (ИСО 5398-3 Кожа. Химическое определение содержания окиси хрома. Часть 3. Количественное определение с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии)

[4] ISO 5398-4 Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 4: Quantification by inductively coupled plasma-optical emission spectrometer (ICP-OES) (ИСО 5398-4 Кожа. Химическое определение содержания окиси хрома. Часть 4. Количественное определение с помощью индуктивно связанной плазмы. Оптический эмиссионный спектрометр (ИСП-ОЭС)

[5] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

[6] ISO 5725-5 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method (ИСО 5725-5 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)

УДК 675.014.04:006.354 ОКС 59.140.30 М19

Ключевые слова: кожа, анализ, содержание, металл, метод, озоление, минерализация, спектрометрия, результат, протокол

Редактор О.А. Стояновская
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор В.И. Варенцова
Компьютерная верстка И.А. Налейкиной

Сдано в набор 22.06.2015. Подписано в печать 10.07.2015. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 32 экз. Зак. 2300.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru