ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17072-1— 2015

КОЖА

Химическое определение содержания металлов

Часть 1

Экстрагируемые металлы

ISO 17072-1:2011
Leather — Chemical determination of metal content — Part 1: Extractable metals (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. № 500-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17072-1:2011 «Кожа. Химическое определение содержания металлов. Часть 1. Экстрагируемые металлы» (ISO 17072-1:2011 «Leather — Chemical determination of metal content — Part 1: Extractable metals»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных 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 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 стандартов национальным стандартам Российской Федерации . . . 7
Библиография . . . 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА

Химическое определение содержания металлов

Часть 1

Экстрагируемые металлы

Leather. Chemical determination of metal content. Part 1. Extractable metals

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод анализа экстрагируемых металлов в коже с использованием экстракции кислым раствором искусственного «пота» и последующим определением с помощью оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) или атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-АЭС), или масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС), или с помощью атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС), или атомно-флуоресцентной спектроскопии (АФС).

Данный метод в особенности применим для определения экстрагируемого хрома в дубленных хромом кожах.

Данный метод определяет экстрагируемые металлы в коже и не является специфичным к составу соединений и состоянию окисления металлов.

Данный метод применяют для определения многих экстрагируемых металлов, включая:

алюминий (Al);
сурьма (Sb);
мышьяк (As);
барий (Ba);
кадмий (Cd);
кальций (Ca);
хром (Cr);
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);

Издание официальное

цинк (Zn);

цирконий (Zr).

Предел количественного определения экстрагируемого свинца составляет 3 мг/кг (см. приложение А).

2 Нормативные ссылки

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

ИСО 105-E04:2013 Текстиль. Испытания на устойчивость окраски. Часть E04. Устойчивость окраски к «поту» (ISO 105-E04:2013 Textiles — Tests for colour fastness — Part E04. Colour fastness to perspiration)

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 17072-2:2011 Кожа. Химическое определение содержания металла. Часть 2. Общее содержание металла (ISO 17072-2:2011 Leather — Chemical determination of metal content — Part 2: Total metal content)

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)

3 Принцип

Образец кожи измельчают и экстрагируют при температуре (37 ± 2) °С в течение (240 ± 5) мин в кислом растворе искусственного «пота» (далее — раствор «пота»). Экстрагированный раствор фильтруют, подкисляют и анализируют с помощью ИСП или АФС, или ААС. Если необходимо, часть раствора фильтрата озоляют в соответствии с ИСО 17072-2.

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 с концентрацией от 60 % до 70 % (по массе).

4.3 Моногидрат моногидрохлорида L-гистидина, $C_6H_9O_2N_3 \cdot HCl \cdot H_2O$.

4.4 Хлорид натрия.

4.5 Дигидрат однозамещенного фосфорнокислого натрия, $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$.

4.6 Гидроокись натрия, 0,1 моль/л.

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

4.8 Азотная кислота, 0,1 моль/л.

4.9 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 с точностью до 0,1 мг.

5.4 Лабораторные весы с точностью до 0,01 г.

5.5 Мембранные фильтры и держатели, пригодные для фильтрования водных растворов, с размерами пор 0,45 мкм.

5.6 Фильтровальную бумагу, прочную, качественного типа.

5.7 Мерные колбы различного объема (50, 100 и 1000 мл).

5.8 Широкогорлые конические колбы объемом около 250 мл, с пробками.

5.9 Конические мерные колбы различного объема.

5.10 Водяную баню, термостатически поддерживающую температуру (37 ± 2) °С, оборудованную встряхивателем колб или мешалкой.

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

5.12 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.

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

5.14 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 Используя аналитические весы (см. 5.3), аккуратно взвешивают 2 г измельченной кожи с точностью до 0,001 г и помещают эту навеску в широкогорлую коническую колбу объемом 250 мл (см. 5.8).

6.4 Определяют содержание летучего вещества в соответствии с ИСО 4684. Эта же проба измельченной кожи может быть использована для экстракции (см. 7.2).

7 Процедура

7.1 Подготовка кислого раствора «пота» в соответствии с ИСО 105-Е04

Раствор необходимо ежедневно готовить заново, и он должен содержать на литр:

- 0,5 г моногидрата моногидрохлорида L-гистидина (см. 4.3);
- 5 г хлорида натрия (см. 4.4);
- 2,2 г дигидрата однозамещенного фосфорнокислого натрия (см. 4.5).

Раствор доводят до pH (5,5 ± 0,1), добавляя раствор гидроокиси натрия концентрацией 0,1 моль/л.

7.2 Экстракция образца кожи

К аккуратно взвешенному измельченному образцу кожи массой 2 г (см. 6.3) в конической колбе добавляют с помощью пипетки 100 мл кислого раствора «пота» (см. 7.1) и при температуре (37 ± 2) °С медленно помешивают на водяной бане (см. 5.10) в течение (240 ± 5) мин.

Фильтруют экстракт через фильтровальную бумагу (см. 5.6), а затем фильтруют через мембранный фильтр (см. 5.5).

Для непосредственного измерения элементов берут нужное количество экстракта для анализа и добавляют 5 % (по объему) азотной кислоты (см. 4.2). Рассматривают это добавление как фактор разведения.

Для контролирования загрязнения необходимо проводить холостую процедуру. Аликвоту кислотного «пота» помещают в контейнер для образца и рассматривают как образец во всех аспектах, включая аналитические процедуры.

Указанные выше процедуры экстракции необходимо строго выполнять. Любое отклонение приведет к неправильным результатам.

7.3 Озоление экстрагированного раствора

Если раствор не становится прозрачным после фильтрования и добавления кислоты, применяют следующие процедуры озоления.

После фильтрования используют 25 мл раствора фильтрата для озоления, следуя процедурам, изложенным в ИСО 17072-2, раздел 2, в соответствии с природой металла, который должен быть определен. Принимают во внимание, что после озоления конечный объем анализируемого раствора должен составлять 25 мл. В противном случае применяют разбавление.

Примечание — В зависимости от требуемого уровня элемента определение As, Sb, Sn, Se и Hg может потребовать использования гидридного генератора. В этом случае часть фильтрованного экстрагированного раствора (без добавления кислоты) должна быть использована в соответствии с инструкциями изготовителя. Для определения ртути возможно использование АФС.

7.4 Анализ с помощью методов ИСП, ААС и АФС

Для калибровки подготавливают не менее четырех стандартных контрольных растворов и один калибровочный холостой.

7.4.1 ИСП

Раствор, полученный по 7.2, может быть проанализирован непосредственно, если содержит анализируемые металлы в концентрациях, не выходящих за калибровочные пределы. В противном случае раствор разбавляют должным образом.

Подготавливают стандартные контрольные растворы искомых металлов в соответствии с ИСО 11885, используя вместо воды раствор «пота».

7.4.1.1 ИСП-ОЭС или ИСП-АЭС

Настраивают спектрометр ИСП-ОЭС (или ИСП-АЭС) (см. 5.11) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендованные установки, указанные в ИСО 11885.

Подготавливают стандартные контрольные растворы искомых металлов в соответствии с ИСО 11885, используя вместо воды раствор «пота». Анализируют раствор, полученный по 7.2, в сравнении с контрольными растворами металлов с известной концентрацией, используя ИСП-ОЭС (см. 5.11) на характеристической длине волны каждого отдельного элемента, в исходном состоянии или после необходимого разбавления.

7.4.1.2 ИСП-МС

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

Анализируют раствор, полученный по 7.2, в сравнении с эталонными растворами металлов с известной концентрацией, используя ИСП-МС (см. 5.13) на характеристической массе каждого отдельного элемента, в исходном состоянии или после необходимого разбавления.

7.4.2 ААС

Озоляют экстрагированный раствор, профильтрованный, как указано в 7.3.

Подготавливают атомно-абсорбционный спектрометр (см. 5.12), следуя инструкциям изготовителя и используя рекомендованные установки, указанные в ИСО 15586.

7.4.3 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, округленная с точностью до первого десятичного знака, мг/кг;

$w_{x,i}$ — 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.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) описание испытуемого образца кожи;

c) результаты определения;

d) результаты, полученные для количества экстрагированного 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	0,56	0,62
Стандартное отклонение повторяемости	0,029	0,050
Относительное стандартное отклонение повторяемости	5,22	8,13
Стандартное отклонение между лабораториями	0,566	
Стандартное отклонение воспроизводимости	0,567	0,505
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости	101,23	81,89
Фактор повторяемости	0,083	0,142
Фактор воспроизводимости	1,604	1,429

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 105-E04:2013	—	*
ИСО 2418:2002	—	*
ИСО 3696.1987	—	*
ИСО 4044:2008	—	*
ИСО 4684.2005	—	*
ИСО 11885:2007	—	*
ИСО 15586:2003	—	*
ИСО 17072-2:2011	—	*
ИСО 17294-2:2003	—	*
ИСО 17852:2006	—	*

* 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 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)

[2] 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, содержание, металл, определение, кислый раствор «пота», экстракция, озоление, спектрометрия, плазма, результат, протокол

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.07.2015. Подписано в печать 05.08.2015. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 36 экз. Зак. 2642.

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

gost.e-ecolog.ru