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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17072-1— 2021

КОЖА

Химическое определение содержания металлов

Часть 1

Экстрагируемые металлы

(ISO 17072-1:2019, 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 Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 апреля 2021 г. № 139-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркмения	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 мая 2022 г. № 433-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17072-1—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2022 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17072-1:2019 «Кожа. Химическое определение содержания металлов. Часть 1. Экстрагируемые металлы» («Leather — Chemical determination of metal content — Part 1: Extractable metals», IDT).

Международный стандарт разработан Комиссией по химическим испытаниям Международного союза обществ технологов и химиков кожевенного производства (IUC Comission, IULTCS), Техническим комитетом CEN/TC 289 «Кожа» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

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

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, 2019
© 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 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Оборудование и материалы 3
7 Отбор и подготовка образцов 3
8 Проведение испытания 3
9 Вычисления и представление результатов 5
10 Протокол испытания 5
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного исследования и пределы количественного определения 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 7
Библиография 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОЖА

Химическое определение содержания металлов

Часть 1

Экстрагируемые металлы

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

Дата введения — 2022—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения экстрагируемых металлов в коже путем экстракции кислым раствором искусственного пота с последующим определением с помощью оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES), масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS), атомно-абсорбционной спектрометрии (AAS) или спектрометрии атомной флуоресценции (SFA).

Метод настоящего стандарта позволяет определить экстрагируемые металлы в коже; его применение не ограничено конкретными видами соединений металлов или степенью их окисления. Данный метод особенно применим для определения экстрагируемого хрома в коже хромового дубления.

Метод применим для определения многих экстрагируемых металлов, в том числе:

алюминий (Al)	медь (Cu)	никель (Ni)
сурьма (Sb)	железо (Fe)	калий (K)
мышьяк (As)	свинец (Pb)	селен (Se)
барий (Ba)	магний (Mg)	олово (Sn)
кадмий (Cd)	марганец (Mn)	титан (Ti)
кальций (Ca)	ртуть (Hg)	цинк (Zn)
хром (Cr)	молибден (Mo)	цирконий (Zr)
кобальт (Co)		

Результаты межлабораторного исследования и пределы количественного определения, возможные при использовании ICP-OES, приведены в таблицах А.1 и А.2 (приложение А).

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

ISO 2418, Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location (Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Место отбора проб)

Издание официальное

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

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)

ISO 11885, Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (Качество воды. Определение отобранных элементов методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES))

ISO 15586, Water quality — Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace (Качество воды. Обнаружение микроэлементов методом атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием графитовой печи)

ISO 17294-2, Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes (Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS). Часть 2. Определение отобранных элементов, включая изотопы урана)

ISO 17852, Water quality — Determination of mercury — Method using atomic fluorescence spectrometry (Качество воды. Определение содержания ртути. Метод атомной флуоресцентной спектрометрии)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте термины и их определения не приводятся.

Международные организации ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в области стандартизации, доступные по следующим адресам:

- онлайн-библиотека стандартов ISO: gost.e-ecolog.ru ;
- электропедия IEC: gost.e-ecolog.ru .

4 Сущность метода

Образец кожи экстрагируют при температуре (37 ± 2) °С в течение 4 ч ± 5 мин в кислом растворе искусственного пота. Экстрагированный раствор фильтруют, подкисляют и анализируют с использованием методов ICP, SFA или AAS.

Результаты представляют относительно сухой массы кожи.

5 Реактивы

Предупреждение — Концентрированные кислоты, используемые в настоящем методе, являются чрезвычайно агрессивными и/или окисляющими жидкостями, которые могут повысить вероятность возгорания в случае контакта с воспламеняющимися материалами, способствовать усилению существующего пламени или, разлагаясь при нагревании, могут взорваться. Они также могут вызывать острые и хронические заболевания. Кроме того, они опасны при взаимодействии с водой. Поэтому необходимо соблюдать соответствующие меры безопасности.

5.1 Общие положения

Если не указано иное, используют только реактивы с аналитической степенью чистоты. Все применяемые растворы являются водными растворами.

5.2 **Азотная кислота** с концентрацией от 60 % до 70 % (по массе).

5.3 **Моногидрат моногидрохлорида L-гистидина**.

5.4 **Хлорид натрия**.

5.5 **Дигидрат дигидрофосфата натрия**.

5.6 **Гидроксид натрия**, 0,1 моль/л.

5.7 **Исходные растворы элементов различных металлов** с массовой концентрацией 1 000 мг/л каждый.

5.8 **Азотная кислота**, 0,1 моль/л.

5.9 **Вода** со степенью чистоты 3 в соответствии с ISO 3696.

5.10 **Раствор золота (Au)** в хлороводородной (соляной) кислоте или перманганате калия, 1 000 мкг/л.

6 Оборудование и материалы

6.1 Общие положения

Вся стеклянная посуда, аналитические приборы и материалы, включая фильтры, должны обеспечивать определение следовых количеств металлов.

Используют обычное лабораторное оборудование и приведенное ниже.

6.2 **Лабораторная печь**, обеспечивающая поддержание температуры (102 ± 2) °С.

6.3 **Аналитические весы** с точностью до 0,1 мг.

6.4 **Лабораторные весы** с точностью до 0,01 г.

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

6.6 **Фильтровальные устройства**, включающие стекловолокнистые (GFC) фильтры или фильтры мембранного типа.

6.7 **Мерные колбы** различного объема (50, 100, 1000 $см^3$).

6.8 **Колбы Эрленмейера** с пробками вместимостью приблизительно 250 $см^3$.

6.9 **Конические мерные колбы** различного объема.

6.10 **Водяная баня,** обеспечивающая поддержание температуры (37 ± 2) °С, оборудованная горизонтальным шейкером для колб с частотой колебаний (60 ± 5) об/мин (rpm) или орбитальным шейкером с частотой колебаний (100 ± 10) об/мин (rpm).

6.11 **Оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-OEC)** (см. ISO 11885) с модулем генератора гидридов. Используемые газы должны иметь аналитическую степень чистоты.

6.12 **Атомно-абсорбционный спектрометр (AAS) пламенный или с графитовой печью** (см. ISO 15586) с модулем генератора гидридов и подходящими головками горелок, а также лампами с полым катодом. Используемые газы должны быть аналитической степени чистоты.

6.13 **Масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS)** (см. ISO 17294-2). Используемые газы должны быть аналитической степени чистоты.

6.14 **Атомно-флуоресцентный спектрометр (SFA)** для анализа ртути.

7 Отбор и подготовка образцов

7.1 Если кусок кожи, предназначенный для испытания, представляет собой целую шкуру или кожу, то образцы для испытаний отбирают в соответствии со стандартными процедурами, приведенными в ISO 2418. Если проведение отбора образцов в соответствии с ISO 2418 невозможно (например, при отборе образцов кожи из готовых изделий, таких как обувь или одежда), подробное описание отбора образцов должно быть приведено в протоколе испытаний.

7.2 Подготавливают образец кожи в соответствии с ISO 4044. Влажные образцы для испытаний (влажность выше 30 %) предварительно высушивают не менее 12 ч при температуре не более (50 ± 2) °С. Температуру сушки следует выбирать с учетом воздействия повышенной температуры на соединения, в составе которых присутствует аналит (элемент, определяемый при анализе).

7.3 Определяют содержание летучих веществ в соответствии с ISO 4684. Этот же образец кожи может быть использован для экстракции в соответствии с 8.2.

8 Проведение испытания

8.1 Приготовление кислого раствора искусственного пота

Приготовление кислого раствора искусственного пота должно выполняться в соответствии с ISO 105-E04. Каждый день должен готовиться свежий раствор, содержащий на литр:

- 0,5 г моногидрата моногидрохлорида L-гистидина (см. 5.3);
- 5 г хлорида натрия (см. 5.4);
- 2,2 г дигидрата дигидрофосфата натрия (см. 5.5).

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

8.2 Экстракция образца кожи

Взвешивают приблизительно 2 г подготовленного образца кожи с точностью до 0,001 г, используя аналитические весы (см. 6.3), и помещают в колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$ (см. 6.8).

Добавляют пипеткой 100 $см^3$ кислого раствора искусственного пота (см. 8.1) и встряхивают в водяной бане (см. 6.10) в течение 4 ч ± 5 мин при температуре (37 ± 2) °С.

В случае недостаточного количества образца допускается отбирать образец кожи массой 1 г, но в данном случае экстракция должна выполняться с использованием 50 $см^3$ кислого раствора искусственного пота в колбе Эрленмейера вместимостью 150 $см^3$.

Фильтруют экстракт через фильтровальную бумагу (см. 6.6), а затем через мембранный фильтр (см. 6.5).

В случае определения Sn, Sb, Pb убеждаются в том, что в результате фильтрования не происходит частичная потеря данных элементов.

Для непосредственного измерения элементов отбирают необходимое количество экстракта для анализа и добавляют 5 % (по объему) азотной кислоты (см. 5.2). Данное добавление должно быть учтено при помощи коэффициента разведения.

Для контроля загрязняющих веществ необходимо провести холостой опыт. Аликвоту кислого пота помещают в сосуд для образца и выполняют все процедуры в полном объеме, включая аналитические процедуры, как и для испытуемого образца.

Указанные выше условия проведения экстракции должны строго соблюдаться. Любое отклонение приведет к получению неправильных результатов.

В случае определения ртути (Hg) одновременно с кислым раствором искусственного пота добавляют 10 мкл раствора золота (см. 5.10).

8.3 Анализ методами ICP, AAS и SFA

8.3.1 Общие положения

Растворы, приготовленные в соответствии с 8.2, могут подвергаться анализу непосредственно при условии, что концентрация содержащихся в них анализируемых металлов находится в пределах калибровочного диапазона значений. В ином случае растворы должны быть соответствующим образом разбавлены.

Готовят стандартные растворы сравнения для требуемых металлов в соответствии с ISO 11885, используя раствор пота (см. 8.1), воду или подкисленную воду.

8.3.2 ICP

8.3.2.1 ICP-OES

Настраивают ICP-OES (см. 6.11) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 11885.

Анализируют раствор, приготовленный в соответствии с 8.2, относительно растворов сравнения металлов с известными концентрациями, используя ICP-OES (см. 6.11) при характеристической длине волны для каждого отдельного элемента.

8.3.2.2 ICP-MS

Настраивают ICP-MS (см. 6.13) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 17294-2.

Анализируют раствор, приготовленный в соответствии с 8.2, относительно растворов сравнения металлов с известными концентрациями, используя ICP-MS (см. 6.13) при характеристической ионной массе для каждого отдельного элемента.

8.3.3 AAS

Подготавливают атомно-абсорбционный спектрометр (см. 6.12) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 15586.

Анализируют раствор, приготовленный в соответствии с 8.2, относительно растворов сравнения металлов с известными концентрациями, используя AAS (см. 6.12) с подходящей лампой с полым катодом для каждого отдельного элемента.

8.3.4 Анализ методом SFA

Настраивают SFA (см. 6.14) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 17852.

Анализируют раствор, приготовленный в соответствии с 8.2, относительно растворов сравнения ртути (Hg) с известной концентрацией, используя SFA (см. 6.14).

9 Вычисления и представление результатов

Результат испытания выражают как массовую долю (содержание) анализируемого металла в миллиграммах на килограмм (мг/кг), рассчитанную 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, экстрагированного из кожи, выраженная в миллиграммах на килограмм (мг/кг) анализируемого продукта и округленная с точностью до первого десятичного знака;

$W_{x,i}$ — концентрация анализируемого металла, определенная прибором, выраженная в миллиграммах на литр (мг/л);

m — сухая масса образца, выраженная в граммах (г), рассчитанная в соответствии с ISO 4684;

V_1 — объем кислого раствора искусственного пота для экстрагирования, выраженный в сантиметрах кубических ($см^3$);

F_d — коэффициент разбавления, выводимый в конечном итоге исходя из процедуры разложения (озоления) или подкисления.

При необходимости результаты могут быть приведены относительно сухой, обезжиренной массы образца кожи. Более подробную информацию указывают в протоколе испытания.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать как минимум следующую информацию:

a) наименование лаборатории;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) техническое описание применявшейся аналитической системы;

d) описание испытуемого образца кожи;

e) результаты определения сухой массы;

f) полученные результаты определения количества экстрагированного металла, выраженные в миллиграммах на килограмм сухой кожи (мг/кг);

g) подробное описание всех отклонений от настоящего метода испытаний.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного исследования и пределы количественного определения

Таблица А.1 — Межлабораторное исследование для свинца (Pb): статистическая оценка результатов

Параметр	ISO 5725-2:1994 [1]	ISO 5725-5:1998 [2]
Число участвовавших лабораторий	5	7
Общее среднее значение (мг/кг)	0,56	0,62
Стандартное отклонение повторяемости	0,029	0,050
Относительное стандартное отклонение повторяемости	5,22	8,13
Межлабораторное стандартное отклонение	0,566	—
Стандартное отклонение воспроизводимости	0,567	0,505
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости	101,23	81,89
Коэффициент повторяемости	0,083	0,142
Коэффициент воспроизводимости	1,604	1,429

Таблица А.2 — Пределы количественного определения, возможные при использовании ICP-OES

Элементы металлов		Предел количественного определения, мг/кг
Алюминий	Al	100
Сурьма	Sb	25
Мышьяк	As	25
Барий	Ba	10
Кадмий	Cd	10
Кальций	Ca	100
Хром	Cr	10
Кобальт	Co	10
Медь	Cu	10
Железо	Fe	25
Свинец	Pb	25
Магний	Mg	100
Марганец	Mn	10
Ртуть	Hg	0,02
Молибден	Mo	25
Никель	Ni	10
Калий	K	100
Селен	Se	25
Олово	Sn	10
Титан	Ti	10
Цинк	Zn	10
Цирконий	Zr	10

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 105-E04	—	*, 1)
ISO 2418	—	*
ISO 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»2)
ISO 4044	—	*
ISO 4684	IDT	ГОСТ ISO 4684—2015 «Кожа. Химические испытания. Метод определения содержания летучих веществ»
ISO 11885	—	*, 3)
ISO 15586	—	*
ISO 17294-2	—	*
ISO 17852	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

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

- IDT — идентичные стандарты.

1) В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 105-E04—2014 «Материалы текстильные. Определение устойчивости окраски. Часть E04. Метод определения устойчивости окраски к поту».

2) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

3) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 57165—2016 (ИСО 11885:2007) «Вода. Определение содержания элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой».

Библиография

[1] ISO 5725-2:1994 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 (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[2] ISO 5725-5:1998 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерения)

УДК 675.046.12:006.354 МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, содержание металлов, экстрагируемые металлы, химическое определение, кислый раствор искусственного пота, экстракция, озоление, спектрометрия

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

Сдано в набор 02.06.2022. Подписано в печать 09.06.2022. 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

gost.e-ecolog.ru