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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17075-2— 2021

КОЖА

Химическое определение содержания хрома (VI) в коже

Часть 2

Хроматографический метод

(ISO 17075-2:2017, 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 19 марта 2021 г. №138-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 15 сентября 2022 г. № 936-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17075-2—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2022 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17075-2:2017 «Кожа. Химическое определение содержания хрома (VI) в коже. Часть 2. Хроматографический метод» («Leather — Chemical determination of chromium (VI) content in leather — Part 2: Chromatographic method», IDT).

Международный стандарт разработан Международным союзом технологов и химиков по обработке кожи (IULTCS).

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

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 17075—2011

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, 2017
© 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 Проведение испытания 3
8 Вычисление и представление результатов 5
9 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Точность 7
Приложение В (справочное) Условия хроматографирования для метода прямого детектирования 9
Приложение С (справочное) Условия хроматографирования для метода постколоночной реакции . . . 11
Приложение D (справочное) Сравнение колориметрического метода (ISO 17075-1) и метода ионной хроматографии (ISO 17075-2) 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 15

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

Химическое определение содержания хрома (VI) в коже

Часть 2

Хроматографический метод

Leather. Chemical determination of chromium (VI) content in leather.
Part 2. Chromatographic method

Дата введения — 2022—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения хрома (VI) в растворах, выщелачиваемых из кожи при определенных условиях. Метод настоящего стандарта подходит для количественного определения содержания хрома (VI) в коже при его содержании от 3 мг/кг.

Настоящий стандарт применим ко всем типам кожи.

Результаты, полученные данным методом, зависят от условий экстрагирования. Результаты, полученные при использовании других условий экстрагирования (растворы для экстрагирования, pH, продолжительность экстрагирования и т. д.), не сопоставимы с результатами, полученными методом, описанным в настоящем стандарте.

Если образец кожи испытан как в соответствии с ISO 17075-1, так и в соответствии с настоящим стандартом, то результаты, полученные согласно настоящему стандарту, считаются арбитражными. Преимуществом метода, описанного в настоящем стандарте, является отсутствие мешающего влияния окраски экстракта. Тем не менее межлабораторные испытания не показывают существенных различий (см. приложение D), и результаты сопоставимы между обоими методами.

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 его изменения)]:

ISO 2418, Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location (Кожа. Методы отбора проб и идентификация лабораторных образцов)

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

ISO 4044:2017, Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples (Кожа. Подготовка образцов для химического анализа)

ISO 4684, Leather — Chemical tests — Determination of volatile matter (Кожа. Метод определения содержания летучих веществ)

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

Терминологические базы данных ISO и IEC для применения в стандартизации размещены по следующим адресам:

- онлайн-библиотека стандартов ISO (ISO Online browsing platform): gost.e-ecolog.ru ;
- электропедия IEC (IEC Electropedia): gost.e-ecolog.ru .

3.1 **содержание хрома (VI)** (chromium (VI) content): Количество хрома (VI) в коже, определенное после экстрагирования водным солевым раствором с pH от 7,0 до 8,0.

Примечание — Содержание хрома (VI) выражают в миллиграммах на килограмм (мг/кг) кожи в пересчете на сухое вещество.

4 Сущность метода

Экстрагируемый хром (VI) вымывают из образца кожи фосфатным буферным раствором с pH от 7,0 до 8,0. Аликвоту профильтрованного экстракта анализируют на содержание Cr (VI), используя ионообменную хроматографию с детектированием в ультрафиолетовой и видимой (UV-VIS) областях спектра.

5 Реактивы

Все используемые реактивы должны быть не ниже аналитической степени чистоты.

5.1 Раствор для экстрагирования

Растворяют 22,8 г гидрофосфата калия тригидрата $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ в 1000 $см^3$ воды (см. 5.7), подкисленной фосфорной кислотой (см. 5.2) до pH 8,0 ± 0,1. Дегазируют полученный раствор аргоном или азотом (см. 5.6) либо на ультразвуковой бане.

По установившейся практике свежий раствор готовят ежедневно. Однако раствор может храниться в течение недели в холодильнике при температуре (4 ± 3) °C, но перед применением его следует нагреть до комнатной температуры и дегазировать.

5.2 Раствор фосфорной кислоты

700 $см^3$ ортофосфорной кислоты плотностью ρ = 1,71 $г/см^3$ разбавляют водой (см. 5.7) до объема 1 000 $см^3$.

Сначала добавляют приблизительно 200 $см^3$ деионизированной воды (см. 5.7) в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, затем добавляют 700 $см^3$ ортофосфорной кислоты и доводят до метки деионизированной водой.

5.3 Дихромат калия $K_2Cr_2O_7$, высушенный в течение (16 ± 2) ч при (102 ± 2) °C.

5.4 Исходный раствор хрома (VI)

Навеску калия двухромовокислого $K_2Cr_2O_7$ (см. 5.3) массой 2,829 г растворяют в воде (см. 5.7) в мерной колбе и доводят объем раствора до 1000 $см^3$ водой (см. 5.7). 1 $см^3$ этого раствора содержит 1 мг хрома.

Альтернативно может применяться исходный раствор с данным значением концентрации шестивалентного хрома, имеющийся в продаже.

5.5 Стандартный раствор хрома (VI)

1 $см^3$ раствора (см. 5.4) переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки раствором для экстрагирования (см. 5.1). 1 $см^3$ этого раствора содержит 1 мкг хрома.

Раствор может храниться в течение недели в холодильнике при температуре (4 ± 3) °C, но перед применением его следует нагреть до комнатной температуры.

Альтернативно может применяться стандартный раствор с данным значением концентрации шестивалентного хрома, имеющийся в продаже.

5.6 Аргон или азот, не содержащие кислород

В качестве инертного газа предпочтение следует отдавать аргону, а не азоту, поскольку азот имеет более высокий удельный вес (плотность), чем воздух.

5.7 Дистиллированная или деионизированная вода со степенью чистоты 3 в соответствии с ISO 3696.

6 Оборудование и материалы

Используется обычное лабораторное оборудование, и в частности приведенное ниже.

6.1 Подходящий механический орбитальный шейкер с частотой колебаний (100 ± 10) мин$^{-1}$.

6.2 Коническая колба вместимостью 250 см^3 с пробкой.

6.3 Аэрационная труба и расходомер, пригодные для измерения расхода (50 ± 10) см^3/мин.

6.4 Мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм (политетрафторэтилен (PTFE) или полиамид 66).

6.5 Обычная лабораторная стеклянная посуда и пипетки.

6.6 Ионообменный хроматограф с ультрафиолетовым (UV) детектором или высокоэффективный жидкостный хроматограф (HPLC) с ионообменной колонкой и ультрафиолетовым (UV) детектором. Рекомендуемым является детектор с фотодиодной матрицей (DAD).

6.7 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

6.8 Подходящие виалы для HPLC.

6.9 Острый режущий инструмент или нож, подходящий для разрезания кожи на куски от 3 до 5 мм.

7 Проведение испытания

7.1 Отбор и подготовка образцов

Отбор образцов кож — в соответствии с ISO 2418, если возможно. Если отбор образцов в соответствии с ISO 2418 не представляется возможным (например, кожа от готовых изделий, таких как обувь или одежда), в протоколе испытаний следует привести описание, каким образом осуществлялся отбор образцов.

Подготовку образцов кожи осуществляют посредством измельчения (см. 6.9) на маленькие куски в соответствии с методом, установленным в ISO 4044:2017 (пункт 6.3).

7.2 Приготовление раствора для анализа

Навеску из кусков кожи (2 ± 0,1) г взвешивают на аналитических весах (см. 6.7) с точностью до 0,001 г, 100 см^3 дегазированного раствора для экстрагирования (см. 5.1) пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 (см. 6.2). Вытесняют кислород в колбе не содержащим кислород аргоном (или азотом) (см. 5.6) в течение 5 мин с объемным расходом (50 ± 10) см^3/мин. Удаляют аэрационную трубу (см. 6.3), добавляют измельченные куски кожи и закрывают колбу пробкой. Объем экстракта записывают как V_0.

Для получения экстракта хрома (VI) коническую колбу с кусками кожи перемешивают в течение 3 ч ± 5 мин в механическом орбитальном шейкере (см. 6.1) с частотой колебаний (100 ± 10) мин$^{-1}$ при комнатной температуре.

Встряхивают колбы плавными круговыми движениями так, чтобы измельченная кожа не приставала к стенкам колбы, и избегают перемешивания быстрее указанной частоты колебаний.

Сразу же после завершения 3-часового экстрагирования содержимое конической колбы фильтруют через мембранный фильтр в стеклянный или пластиковый сосуд с пробкой. Определяют pH раствора. pH раствора должен составлять от 7,0 до 8,0. Если pH раствора находится за пределами этого диапазона значений, начинают процедуру заново.

Если pH не попадает в диапазон значений от 7,0 до 8,0, следует рассмотреть возможность использования образца меньшей массы. В этом случае предел количественного определения увеличится.

Переносят аликвоту отфильтрованного экстракта в виалу (см. 6.8).

7.3 Условия хроматографирования

Определение хрома (VI) проводят с использованием метода ионной хроматографии. Поскольку инструментальное оснащение лабораторий может различаться, предоставление каких-либо конкрет-

ных указаний по анализу не представляется возможным. Однако рабочие характеристики и примеры ионно-хроматографического анализа для определения содержания хрома (VI), приведенные в приложениях В и С, были успешно опробованы и применялись. В приложении В хром (VI) определяется путем прямого детектирования пика хромата при длине волны 372 нм. В приложении С хром (VI) определяется после постколоночной реакции с 1,5 дифенилкарбазидом путем измерения максимума (пика) поглощения при длине волны 540 нм.

Используемый метод должен быть проверен путем определения степени извлечения (см. 7.5), и наблюдаемые результаты должны находиться в диапазоне, указанном в приложении А.

Записывают объем введенного раствора как V_M, а площадь пика хроматата как A.

7.4 Калибровка

Содержание хрома (VI) в коже определяют с использованием калибровки методом внешнего стандарта.

Калибровочные растворы готовят из стандартного раствора (см. 5.5). Концентрация хрома (VI) в данных растворах должна охватывать предполагаемый диапазон измерений.

Для построения подходящей калибровочной кривой используют не менее пяти калибровочных растворов, полученных с использованием стандартного раствора (см. 5.5) в диапазоне от 1 до 25 см^3. Данные объемы стандартного раствора (см. 5.5) переносят пипеткой в мерные колбы вместимостью 25 см^3. Доводят до метки раствором для экстрагирования (см. 5.1), хорошо перемешивают и переносят аликвоту подходящего объема в виалу (см. 6.8).

Готовят калибровочные растворы в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Приготовление калибровочных растворов в требуемом диапазоне

Объем стандартного раствора (см. 5.5), см^3	1,25	2,5	5	12,5	25
Объем раствора для экстрагирования (см. 5.1), см^3	23,75	22,5	20	12,5	0
Окончательный объем, см^3	25 см^3 в мерной колбе				
Концентрация шестивалентного хрома, мкг/л	50	100	200	500	1 000

Переносят аликвоту в подходящую виалу (см. 6.8), соответствующую хроматографической системе (см. 6.6).

Вводят калибровочные растворы в хроматографическую систему (см. 6.6). Вводят одинаковый объем каждого калибровочного раствора. Пробы рекомендуется вводить в таком же объеме. Записывают объем вводимых калибровочных растворов как V_C, мкл.

Строят калибровочную кривую зависимости концентрации хрома (VI) в микрограммах Cr на сантиметр кубический (мкг/ см^3) от измеренных значений площади пиков хромата. Значения концентрации хрома (VI) откладывают по оси x, а значения площади пиков — по оси y.

7.5 Определение степени извлечения

Определение степени извлечения обеспечивает получение информации о возможных матричных эффектах, которые могут влиять на результаты.

Добавляют в аликвоту раствора, полученного по 7.2, подходящий объем раствора хрома (VI) для увеличения концентрации хрома (VI) на 10 мг/кг. Вводят в хроматографическую систему полученный раствор в таком же объеме, с которым вводились растворы при калибровке (площадь пика записывают как As).

Добавляют в аликвоту раствора для экстрагирования (см. 5.1) (объемом, равным объему вышеупомянутого раствора, полученного по 7.2) подходящий объем раствора хрома (VI) для увеличения концентрации хрома (VI) на 10 мг/кг, в результате чего конечный объем полученного раствора будет равен объему вышеупомянутого раствора с добавкой хрома (VI). Вводят в хроматографическую систему полученный раствор в таком же объеме, с которым вводились растворы при калибровке (площадь пика записывают как A_{st}).

Значения площади пиков хромата для данных растворов должны находиться в пределах калибровочной кривой, в противном случае повторяют процедуру, используя меньшую аликвоту меньшего объема. Степень извлечения должна составлять от 80 % до 120 %.

Примечание — Если добавленный хром (VI) не обнаружен, это является признаком того, что кожа содержит восстановители. Из этого вытекает вывод, что в данной коже хром (VI) отсутствует (его содержание ниже предела обнаружения).

8 Вычисление и представление результатов

8.1 Вычисление содержания хрома (VI)

$$w_{Cr(VI)} = \frac{(A-b)\cdot V_0 \cdot V_C}{V_M \cdot m \cdot F}, \quad (1)$$

где $w_{Cr(VI)}$ — массовая доля экстрагируемого хрома (VI) в коже, мг/кг;
A — площадь пика хромата на хроматограмме экстракта с образцом;
F — угол наклона калибровочной кривой (y/x), см^3/мкг;
b — точка пересечения, отсекаемая на калибровочной кривой (y/x);
m — масса отобранного образца кожи, г;
V_0 — объем экстракта с образцом кожи, см^3;
V_C — объем раствора, вводимого при калибровке, мкл;
V_M — объем раствора, вводимый при анализе образца, мкл.

Результат в пересчете на сухое вещество:

$$w_{Cr(VI)\text{-}dry} = w_{Cr(VI)} \cdot D, \quad (2)$$

где D — коэффициент пересчета результата испытаний на сухое вещество:

$$D = \frac{100}{100 - w}, \quad (3)$$

где w — массовая доля летучих веществ, определенная по ISO 4684 с использованием другого кусочка образца, %.

8.2 Степень извлечения (согласно 7.5)

$$\eta = \frac{A_s \cdot (V_1 + V_2) - A \cdot V_1}{A_{st} \cdot (V_1 + V_2)} \cdot 100, \quad (4)$$

где η — степень извлечения, %;
V_1 — объем раствора с образцом в растворе с добавкой, см^3;
V_2 — объем стандартного раствора хромата в растворе с добавкой, см^3;
A_s — площадь пика хромата в растворе с образцом после добавления хрома (VI), полученная при определении в соответствии с 7.5;
A — площадь пика хромата в исходном растворе с образцом, полученная при определении в соответствии с 7.3;
A_{st} — площадь пика хромата в растворе для экстрагирования после добавления хрома (VI), полученная при определении в соответствии с 7.5.

8.3 Представление результатов

Содержание хрома (VI) приводят в миллиграммах на килограмм (мг/кг) с округлением до 0,1 мг/кг. Содержание хрома пересчитывают на сухую кожу. Содержание летучих веществ, определенное по ISO 4684, приводят в процентах (%) с округлением до 0,1 %.

Экстрагируемая матрица кожи имеет сложный состав, поэтому результаты определения ниже 3 мг/кг имеют большой разброс и ограниченную достоверность; по этой причине предел количественного определения должен быть 3 мг/кг.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) содержание хрома (VI), полученное по 8.1, с округлением до 0,1 мг/кг;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) описание испытуемого образца и деталей отбора образцов кож (см. 7.1) (при необходимости);

d) краткое описание техники хроматографического анализа (т. е. применялся метод прямого детектирования или метод постколоночной реакции);

e) содержание летучих веществ в коже в процентах (%) с округлением до 0,1 %;

f) степень извлечения в процентах (%);

g) любые отклонения от требований настоящего метода.

Приложение А
(справочное)

Точность

Результаты, полученные при проведении в июне 2015 г. международных межлабораторных испытаний для двух типов кожи, обобщены в таблице А.1, таблице А.2 и таблице А.3.

Таблица А.1 — Результаты для одного типа кожи (кожа А)

Лаборатория	Содержание хрома (VI), мг/кг			Среднее значение, мг/кг
01	6,41	6,43	6,09	6,31
02	6,20	6,70	6,40	6,43
03	3,57	3,92	3,89	3,79
04	5,90	6,34	5,98	6,07
05	7,10	7,40	6,90	7,13
06	3,86	3,83	4,01	3,90
07	5,80	4,60	5,60	5,33
10	4,20	4,70	4,60	4,50
11	4,10	4,20	3,90	4,07
Среднее значение — 5,28. Неопределенность — ± 0,97 при k = 2,31 (P = 95 %).				

Таблица А.2 — Результаты для одного типа кожи (кожа В)

Лаборатория	Содержание хрома (VI), мг/кг			Среднее значение, мг/кг
01	30,12	29,48	29,89	29,83
02	29,80	28,90	29,20	29,30
03	26,40	25,40	27,30	26,37
04	29,30	28,64	30,03	29,32
05	30,80	31,00	30,50	30,77
06	24,18	22,61	23,03	23,27
07	24,40	23,80	25,50	24,57
09	29,60	29,40	28,50	29,17
10	21,90	23,70	23,80	23,13
11	26,60	25,10	24,60	25,43
Среднее значение — 27,1. Неопределенность — ± 2,1 при k = 2,26 (P = 95 %).				

Таблица А.3 — Показатели прецизионности, полученные в результате проведения межлабораторных испытаний для двух типов кожи

Значения в миллиграммах на килограмм (мг/кг)

Содержание хрома (VI) [a]	Повторяемость [b]	Воспроизводимость [b]
5,28	0,68	2,96
27,1	1,60	6,67

[a] Средние значения.

[b] P = 95 %, коэффициенты охвата 2,31 для первой и 2,26 для второй строк таблицы соответственно.

Приложение В
(справочное)

Условия хроматографирования для метода прямого детектирования

В.1 Общие положения

Поскольку инструментальное оснащение лабораторий может различаться, предоставление каких-либо конкретных указаний по анализу не представляется возможным. Следующие рабочие характеристики были успешно опробованы и применялись.

Используемый метод должен быть проверен путем определения степени извлечения (см. 7.5), и наблюдаемые результаты должны находиться в диапазоне, указанном в приложении А.

В.2 Пример условий для ионной хроматографии

В.2.1 Реактивы подвижной фазы

Все реактивы должны быть не ниже аналитической степени чистоты.

В.2.1.1 Безводный сульфат аммония $(NH_4)_2SO_4$ (CAS: 7783-20-2).

В.2.1.2 Гидроксид натрия NaOH (CAS: 1310-73-2).

В.2.1.3 Исходный раствор подвижной фазы

Растворяют 33,00 г безводного сульфата аммония и 0,40 г гидроксида натрия в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки водой (см. 5.7). Данный раствор содержит 250 ммоль сульфата аммония и 10 ммоль гидроксида натрия. pH раствора составляет 8,2. Из данного раствора готовят еженедельный элюент для хроматографии (см. В.2.1.4). Срок хранения раствора — до четырех месяцев при температуре 4 °С.

В.2.1.4 Подвижная фаза

Переносят 100 $см^3$ исходного раствора элюента (см. В.2.1.3) в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки водой (см. 5.7). Данный раствор содержит 25 ммоль сульфата аммония и 1 ммоль гидроксида натрия. Проверяют, чтобы pH раствора составлял 8,0 ± 0,2. Фильтруют раствор через мембранный фильтр. Срок хранения раствора — до одной недели при комнатной температуре.

В.2.2 Параметры оборудования

Колоночный термостат — 30 °С.

Подвижная фаза — 25 ммоль сульфата аммония и 1 ммоль гидроксида натрия (см. В.2.1.4).

Колонка: анионообменная колонка (полиметакрилатная смола с функциональными группами четвертичного аммония) — 4,6 × 75 мм, внутренний диаметр предколонки — 1 мм.

Диапазон длин волн (только для детектора DAD): регистрируют УФ-спектр в диапазоне от 200 до 550 нм.

Длина волны, соответствующая хроматограмме экстракта, — 372 нм.

Скорость потока — 0,9 $см^3$/мин.

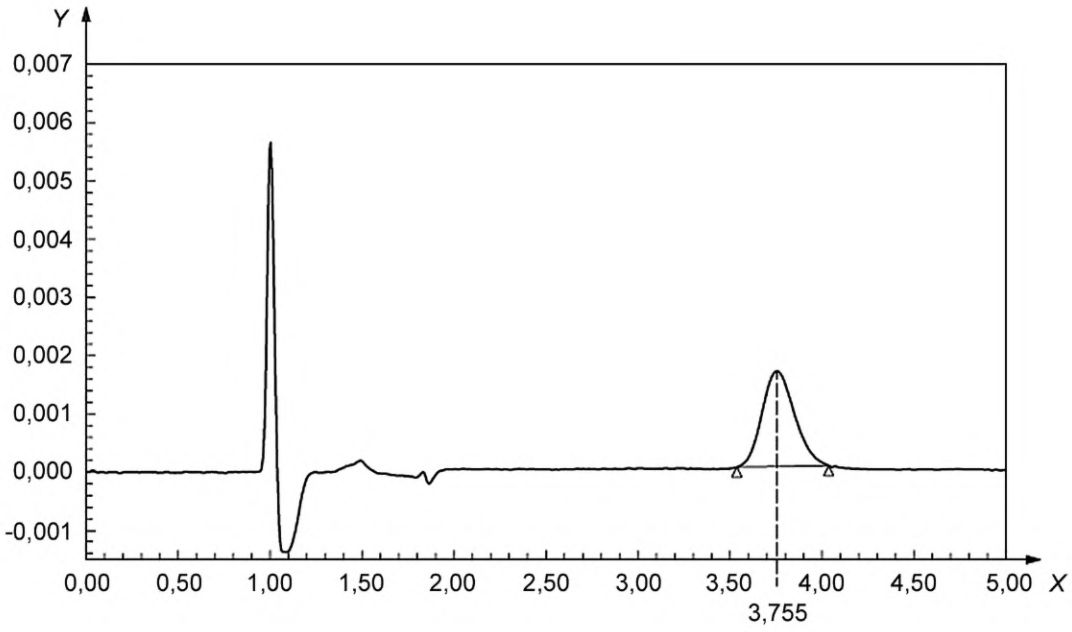
Объем вводимой пробы — 50 мкл.

Время записи хроматограммы — 5 мин.

Время уравновешивания колонки между введениями — 6 мин.

Детектор с фотодиодной матрицей (DAD) позволяет достоверно идентифицировать хромат за счет сравнения UV-спектра обнаруженного пика со стандартным спектром хромата. На рисунке В.1 показана хроматограмма, полученная для одного образца, содержащего 3,9 мг/кг Cr (VI). На рисунке В.2 показан УФ-спектр аниона хромата, обнаруженного в образце.

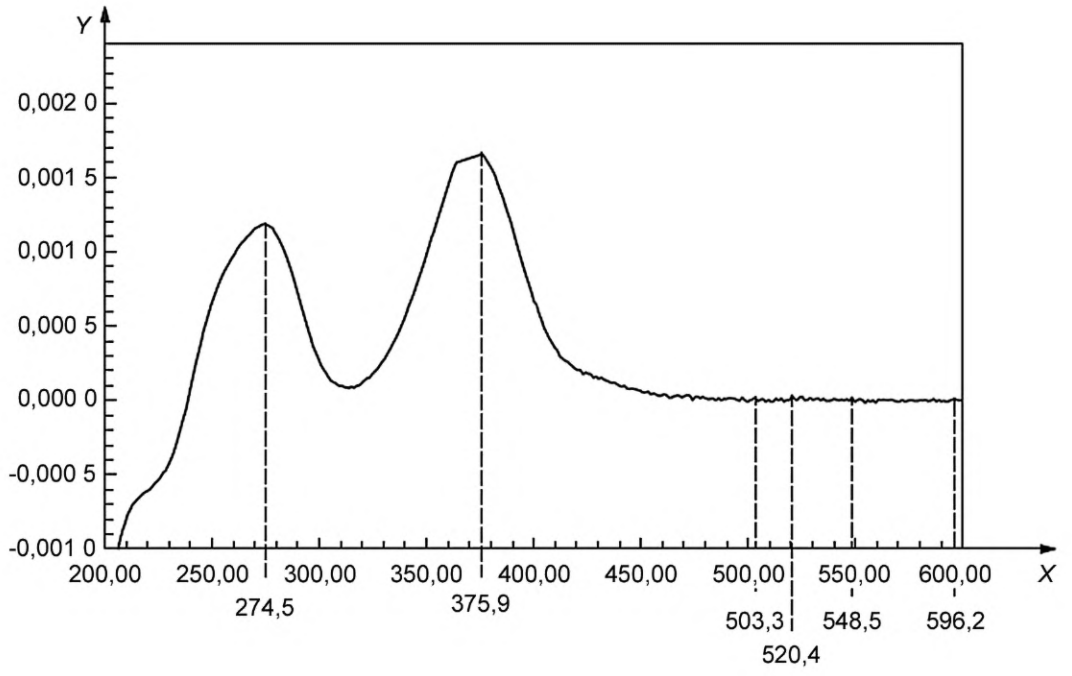
В.3 Примеры хроматограммы и УФ-спектра, полученных при анализе образца, имеющегося в продаже



X — мин; *Y* — AU

Примечание — Пик: хромат, 3,755 мин.

Рисунок В.1 — Хроматограмма, полученная для одного образца, содержащего 3,9 мг/кг Cr(VI)



X — нм; *Y* — AU

Рисунок В.2 — Ультрафиолетовый спектр хромат-иона, зафиксированного на хроматограмме образца с рисунка В.1 на 3,757 мин детектором с фотодиодной матрицей (DAD)

Приложение С
(справочное)

Условия хроматографирования для метода постколоночной реакции

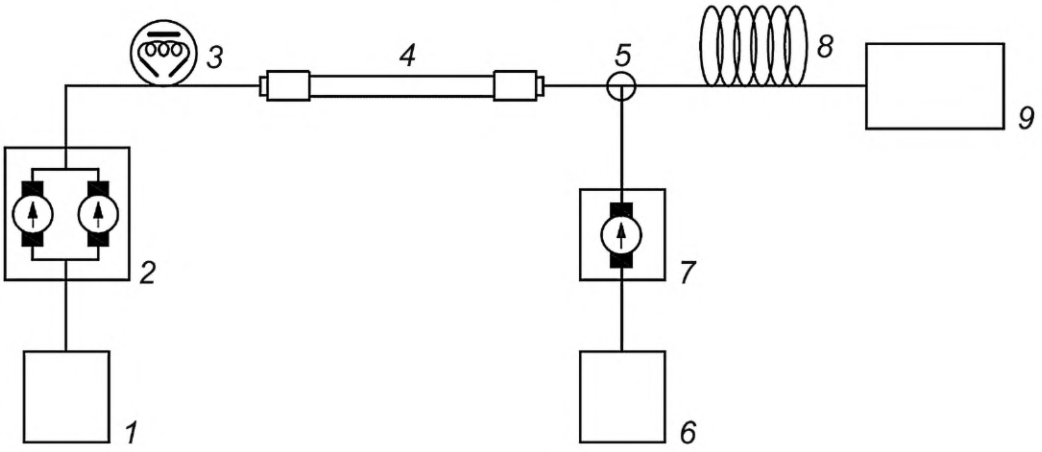
С.1 Общие положения

Поскольку инструментальное оснащение лабораторий может различаться, предоставление каких-либо конкретных указаний по анализу не представляется возможным. Следующие рабочие характеристики были успешно опробованы и применялись.

Используемый метод должен быть проверен путем определения степени извлечения (см. 7.5), и наблюдаемые результаты должны находиться в диапазоне, указанном в приложении А.

С.2 Хроматографическая система и необходимое оборудование

На рисунке С.1 представлен метод ионной хроматографии с постколоночной реакцией.



1 — подвижная фаза; *2* — насос для жидкостной хроматографии (LC); *3* — петлевой дозатор; *4* — аналитическая колонка; *5* — тройник нулевого, мертвого, объема; *6* — постколоночный реактив; *7* — насос для дозирования постколоночного реактива; *8* — реакционная катушка; *9* — детектор (MWD или DAD)

Рисунок С.1 — Схематическое представление системы ионной хроматографии с постколоночной реакцией

Анализ хрома (VI) проводят с использованием аналитической колонки, заполненной анионообменной неподвижной фазой.

Постколоночный реактив, содержащий 1,5-дифенилкарбазид, добавляют между колонкой и реакционной катушкой с помощью тройника нулевого мертвого объема.

Реакционная катушка обеспечивает соответствующее смешение элюента из колонки и реактива после колонки, а хром (VI) в растворе окисляет 1,5-дифенилкарбазид до 1,5-дифенилкарбазона. Это дает красный/фиолетовый комплекс с хромом, который может быть количественно определен при 540 нм с использованием многоволнового детектора (MWD) или детектора с фотодиодной матрицей (DAD).

С.2.1 Два подходящих насоса для жидкостной хроматографии (LC)

Один используется для подачи подвижной фазы в систему, другой используется для подачи реактива после колонки перед реакционной катушкой.

С.2.2 Автоматический дозатор или ручной кран-дозатор, оснащенный петлевым дозатором для ввода пробы.

С.2.3 Термостатированный отсек колонки.

С.2.4 Аналитическая колонка, заполненная анионообменной неподвижной фазой.

С.2.5 Тройник нулевого, мертвого, объема.

С.2.6 Подходящая реакционная катушка.

С.2.7 Детектор, MWD или DAD, с возможностью детектирования при 540 нм.

Примечание — Для обеспечения инертности системы применяется колонка и все капиллярные трубки (включая петлевой дозатор) в корпусе из полиэфирэфиркетона (PEEK).

Применение защитной колонки (предколонки) настоятельно рекомендуется для продления срока службы колонки. Применяется защитная колонка в корпусе из PEEK, заполненная частицами полистирола-дивинилбензола.

С.3 Примеры аналитических условий

С.3.1 Подвижная фаза и постколоночные реактивы

Все реактивы должны быть не ниже аналитической степени чистоты.

С.3.1.1 Сульфат аммония $(NH_4)_2SO_4$ (CAS: 7783-20-2).

С.3.1.2 Гидроксид аммония NH_4OH (CAS: 1336-21-6), представляющий собой 28 %-ный раствор NH_3 в воде.

С.3.1.3 1,5-дифенилкарбазид $C_{13}H_{14}N_4O$ (CAS: 140-22-7).

С.3.1.4 Метанол CH_3OH (CAS: 67-56-1).

С.3.1.5 Серная кислота H_2SO_4 (CAS: 7664-93-9) концентрацией 98 %.

С.3.2 Приготовление подвижной фазы

Растворяют (33,0 ± 0,1) г сульфата аммония (см. С.3.1.1) и 8,0 $см^3$ гидроксида аммония (см. С.3.1.2) в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой (см. 5.7).

С.3.3 Приготовление постколоночного реактива

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют 28 $см^3$ серной кислоты (см. С.3.1.5) примерно в 500 $см^3$ дистиллированной воды (см. 5.7) и дают раствору охладиться.

За это время растворяют (0,50 ± 0,01) г 1,5-дифенилкарбазида (см. С.3.1.3) в 100 $см^3$ метанола (см. С.3.1.4).

После охлаждения раствора кислоты смешивают раствор дифенилкарбазида с раствором кислоты при постоянном перемешивании магнитной мешалкой и доводят до метки водой (см. 5.7).

С.3.4 Параметры оборудования

Аналитическая колонка: анионообменная колонка с алкилчетвертичным аммонием в качестве функциональной группы. Длина — 250 мм. Внутренний диаметр — 4 мм.

Защитная колонка длиной 35 мм и внутренним диаметром 4 мм.

Объем реакционной катушки — 750 мкл.

Вводимый объем — 100 мкл.

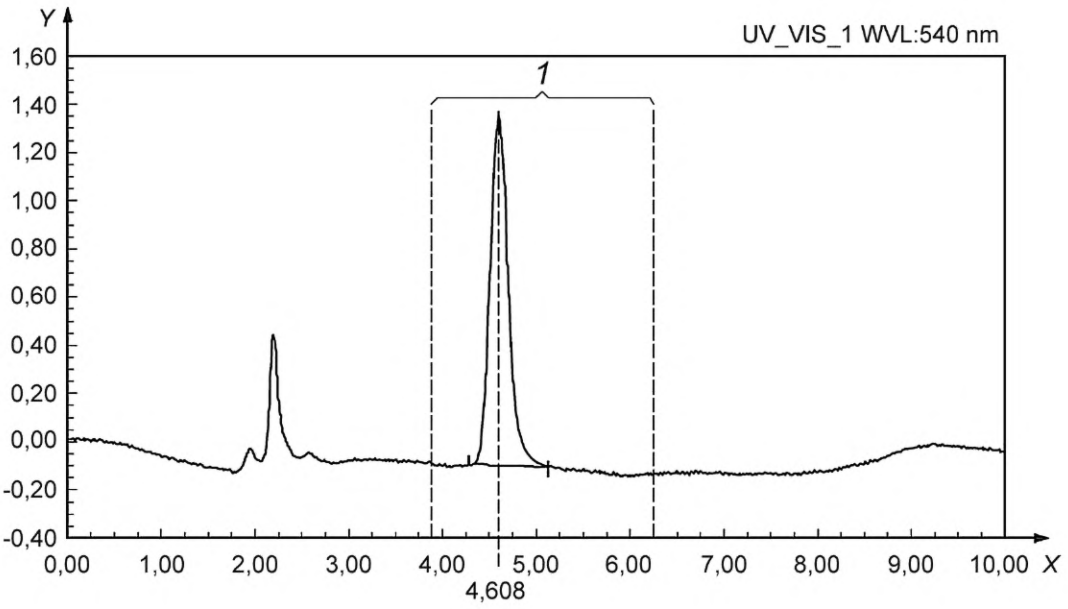
Скорость потока подвижной фазы — 1 $см^3$/мин.

Скорость потока постколоночного реактива — 0,33 $см^3$/мин.

Время записи хроматограммы — 10 мин.

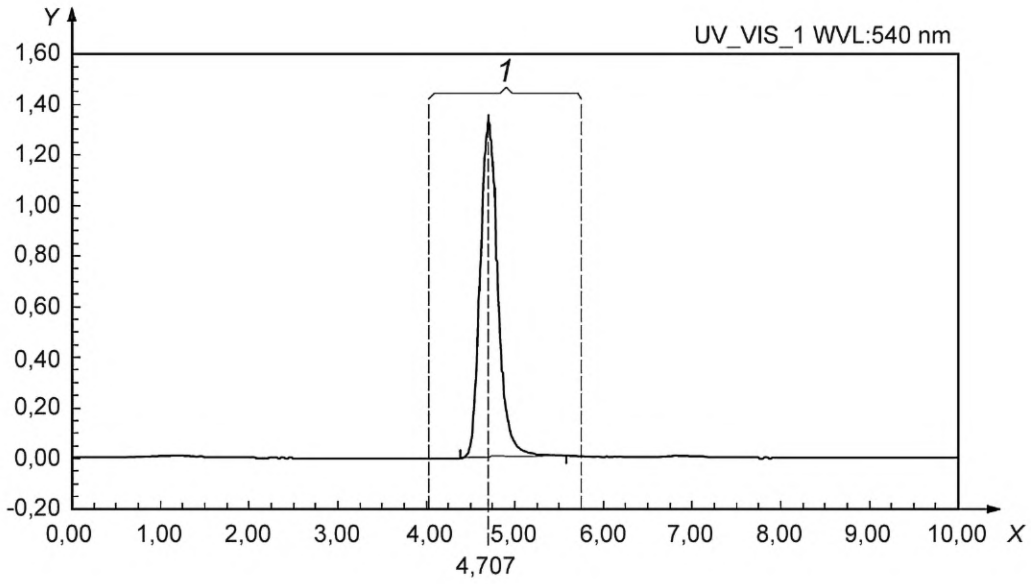
С.4 Примеры хроматограмм

На рисунке С.2 приведена хроматограмма стандартного раствора концентрацией 5 мкг/л, а на рисунке С.3 приведена хроматограмма образца натуральной кожи концентрацией 3 мг/кг.



1 — хром (VI) — 4,608; *X* — мин; *Y* — мAU

Рисунок С.2 — Хроматограмма стандартного раствора концентрацией 5 мкг/л (соответствует первому уровню калибровочной кривой)



1 — хром (VI) — 4,707; *X* — мин; *Y* — мAU

Рисунок С.3 — Хроматограмма образца натуральной кожи концентрацией 3 мг/кг

Приложение D
(справочное)

Сравнение колориметрического метода (ISO 17075-1) и метода ионной хроматографии (ISO 17075-2)

Данные, приведенные в таблице D.1, получены при межлабораторных испытаниях (в сентябре 2015 г.) с участием 13 лабораторий. Был проанализирован один образец кожи с неизвестным содержанием хрома (VI).

Таблица D.1 — Результаты межлабораторных испытаний образцов кожи с использованием колориметрического метода (ISO 17075-1) и метода ионной хроматографии (ISO 17075-2)

Колориметрический метод (ISO 17075-1)		Метод ионной хроматографии (ISO 17075-2)	
Среднее	Стандартное отклонение	Среднее	Стандартное отклонение
мг/кг		мг/кг	
3,71	0,93	2,56	1,17

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 2418	—	*
ISO 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»[1)]
ISO 4044:2017	—	*
ISO 4684	IDT	ГОСТ ISO 4684—2015 «Кожа. Химические испытания. Определение содержания летучих веществ»

* 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 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

УДК 675.046.12:006.354 МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, содержание хрома, определение химическое, метод хроматографический, экстрагирование

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 19.09.2022. Подписано в печать 22.09.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,12.

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