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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17075-1— 2021

КОЖА

Химическое определение содержания хрома (VI) в коже

Часть 1

Колориметрический метод

(ISO 17075-1:2017, 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 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 15 сентября 2022 г. № 935-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17075-1—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2022 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17075-1:2017 «Кожа. Химическое определение содержания хрома (VI) в коже. Часть 1. Колориметрический метод» («Leather — Chemical determination of chromium (VI) content in leather — Part 1: Colorimetric 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) Материалы для твердофазной экстракции (SPE) 7
Приложение В (справочное) Точность 8
Приложение С (справочное) Сравнение колориметрического метода (ISO 17075-1) и метода ионной хроматографии (ISO 17075-2) 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 11

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 1

Колориметрический метод

Leather. Chemical determination of chromium (VI) content in leather.
Part 1. Colorimetric 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 настоящим стандартом, так и в соответствии с ISO 17075-2, то результаты, полученные согласно ISO 17075-2, считаются арбитражными. Преимуществом метода, описанного в ISO 17075-2, является отсутствие мешающего влияния окраски экстракта. Тем не менее межлабораторные испытания не показывают существенных различий (см. приложение С), 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, а совместно экстрагируемые окрашенные вещества, влияющие на определение, при необходимости удаляют твердофазной экстракцией. Хром (VI) в растворе окисляет 1,5-дифенилкарбазид в 1,5-дифенилкарбазон, образуя красно-фиолетовый комплекс с хромом, который может быть количественно определен фотометрическим методом при 540 нм.

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, подкисленной фосфорной кислотой (см. 5.3) 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 дифенилкарбазида (DPC)

1,0 г 1,5-дифенилкарбазида $CO(NHNHC_6H_5)_2$ растворяют в 100 $см^3$ ацетона $(CH_3)_2CO$, подкисленного одной каплей ледяной уксусной кислоты CH_3COOH.

Полученный раствор хранят в стеклянной посуде темно-коричневого цвета не более 14 дн при температуре +4 °C.

5.3 Раствор фосфорной кислоты

700 $см^3$ ортофосфорной кислоты плотностью ρ = 1,71 $г/см^3$ разбавляют дистиллированной водой (см. 5.7) до объема 1000 $см^3$.

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.

5.4 Исходный раствор хрома (VI)

Навеску калия двухромовокислого $K_2Cr_2O_7$ (см. 5.8) массой 2,829 г растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят объем раствора до метки водой. 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) °С, 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 аргон имеет более высокий удельный вес (плотность), чем воздух.

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

5.8 Калий двухромовокислый $K_2Cr_2O_7$, высушенный в течение (16 ± 2) ч при (102 ± 2) °С.

5.9 Метанол для ВЭЖХ (HPLC).

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 Мерные колбы вместимостью 25, 100 и 1000 см^3.

6.6 Пипетки различной вместимости.

6.7 Спектрофотометр или фотометр, имеющие длину волны 540 нм.

6.8 Фотометрическая кювета из кварца с толщиной рабочего слоя 40 мм или любая другая подходящая кювета.

6.9 Стеклянные или полипропиленовые картриджи (патроны), заполненные подходящим материалом для твердофазной экстракции (SPE), например С18 с обращенной фазой (RP) или подходящим активированным силикатом магния, примеры материалов для SPE см. в приложении А.

6.10 Система для твердофазной экстракции (SPE) с вакуумным устройством или стойким к растворителям медицинским шприцем.

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

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

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. 6.11) 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. 6.12) 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 аргоном (или азотом) (см. 5.6) с помощью аэрационнной трубы с расходомером (см. 6.3) 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$^{-1}$.

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.

7.3 Определение хрома (VI) в растворе, полученном после экстрагирования

Если образец отобран от окрашенной кожи, то существует вероятность совместной экстракции с некоторыми окрашенными веществами, например красителями. Это может повлиять на определение хрома (VI). Экстрагируемые красители могут быть удалены за счет пропускания раствора для экстрагирования в соответствии с (см. 7.2) через картридж (патрон), заполненный подходящим материалом для твердофазной экстракции (см. 6.9) (примеры подходящих материалов см. в приложении А).

Подготавливают картриджи (патроны) для SPE (см. 6.9) следующим образом:

a) картридж (патрон) (см. 6.9) промывают сначала 5 см^3 метанола (см. 5.9);

b) затем 5 см^3 дистиллированной воды (см. 5.7); и

c) сразу после этого 10 см^3 раствора для экстрагирования (см. 5.1).

Не следует допускать высыхания картриджа (патрона) (см. 6.9) в течение или после подготовки.

Из раствора, полученного по 7.2, берут 10 см^3 (V_1) и количественно пропускают через картридж (патрон) (см. 6.9) с системой SPE с вакуумным устройством или шприцем (см. 6.10). Собирают элюат в мерную колбу вместимостью 25 см^3 (см. 6.5). Затем картридж (патрон) промывают 10 см^3 раствора для экстрагирования (см. 5.1) в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Содержимое колбы (V_2) доводят до метки раствором для экстрагирования (см. 5.1). Обозначают этот раствор как S_1.

Пипеткой (см. 6.6) вместимостью 10 см^3 (V_3) переносят раствор S_1 в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Заполняют колбу раствором для экстрагирования (см. 5.1) на 3/4 объема. Добавляют 0,5 см^3 раствора фосфорной кислоты (см. 5.3) и затем 0,5 см^3 раствора дифенилкарбазида (см. 5.2). Содержимое колбы (V_4) доводят до метки раствором для экстрагирования (см. 5.1) и хорошо перемешивают.

Полученный раствор выдерживают не менее (15 ± 5) мин. Затем измеряют оптическую плотность раствора при 540 нм в кювете с толщиной рабочего слоя 40 мм (см. 6.8), для сравнения используя раствор (см. 7.4). Измеренную оптическую плотность обозначают как A_1.

Для каждого испытания набирают пипеткой еще одну аликвоту раствора S_1 объемом 10 см^3 в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и проводят испытание, как описано выше, но без добавления раствора дифенилкарбазида (см. 5.2). Измеряют оптическую плотность раствора при условиях, описанных выше, и измеренную оптическую плотность обозначают как A_2.

7.4 Приготовление раствора сравнения

Заполняют колбу вместимостью 25 см^3 на 3/4 объема раствором для экстрагирования (см. 5.1), добавляют 0,5 см^3 фосфорной кислоты (см. 5.3) и 0,5 см^3 раствора дифенилкарбазида (см. 5.2). Доводят до метки раствором для экстрагирования (см. 5.1) и тщательно перемешивают. Этот раствор готовят ежедневно и хранят в темном месте. С раствором сравнения проводят испытание, аналогичное испытанию с раствором для анализа, исключая твердофазную экстракцию.

7.5 Калибровка

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

Растворы для построения калибровочной кривой готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3 (см. 6.5).

Для построения подходящей калибровочной кривой используют не менее шести калибровочных растворов, полученных с использованием стандартного раствора (см. 5.5) в диапазоне от 0,5 до 15,0 см^3. Данные объемы стандартного раствора (см. 5.5) переносят пипеткой в мерные колбы вместимостью 25 см^3. Добавляют 0,5 см^3 фосфорной кислоты (см. 5.3) и 0,5 см^3 раствора дифенилкарбазида (см. 5.2) в каждую колбу. Доводят до метки раствором для экстрагирования (см. 5.1), хорошо перемешивают и оставляют на (15 ± 5) мин. Измеряют оптическую плотность растворов в такой же фотометрической кювете (см. 6.8), что и растворы с образцами кожи при 540 нм, относительно раствора сравнения, полученного в 7.4.

Строят калибровочную кривую зависимости концентрации хрома (VI) в микрограммах на сантиметр кубический (мкг/см^3) от измеренной оптической плотности. По оси x откладывают содержание хрома (VI), а по оси y — оптическую плотность растворов.

При межлабораторных испытаниях наиболее подходящей была признана кювета с толщиной рабочего слоя 40 мм (см. 6.8). Стандартные растворы, описанные выше, предназначены для анализа с использованием кювет с толщиной рабочего слоя 40 мм. В некоторых случаях при анализе растворов может оказаться удобным использование кювет с большей или меньшей толщиной рабочего слоя. Необходимо следить за тем, чтобы используемый диапазон калибровки находился в пределах линейного диапазона измерений спектрофотометра.

7.6 Определение степени извлечения

7.6.1 Влияние матрицы

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

Добавляют в аликвоту (объемом 10 см^3) раствора, полученного в 7.2, подходящий объем раствора хрома (VI) для увеличения концентрации хрома (VI) на 10 мг/кг. Выбирают концентрацию добавляемого раствора таким образом, чтобы объем конечного раствора составлял максимум 11 см^3. Измеряют оптическую плотность данного раствора так же, как и для раствора с образцами кожи (оптическую плотность обозначают как A_{1s} и A_{2s}). (См. 7.3).

Оптическая плотность раствора должна быть в пределах калибровочной кривой, в противном случае следует повторить процедуру, используя аликвоту меньшего объема. Степень извлечения должна быть больше 80 %.

Примечание 1 — Если добавленный хром (VI) не обнаружен, это является признаком того, что кожа содержит восстановители. В некоторых случаях, если степень извлечения согласно 7.6.2 больше 90 %, то после детальных исследований можно сделать заключение, что анализируемая кожа не содержит хром (VI) (его содержание ниже предела обнаружения).

Примечание 2 — Степень извлечения — индикатор того, работает ли метод или на результаты оказывают влияние матричные эффекты. Нормальной является степень извлечения больше 80 %.

7.6.2 Влияние материала для SPE (см. 6.9)

Отбирают пипеткой стандартный раствор (см. 5.5) объемом, соответствующим содержанию хрома (VI) в коже, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором для экстрагирования (см. 5.1).

Готовят данный раствор так же, как и экстракт кожи. Определяют содержание в данном растворе так же, как и в экстракте кожи, и сравнивают с рассчитанным содержанием. В случае когда хром (VI) не обнаружен в образце кожи, концентрация хрома (VI) в растворе должна составлять 6 мкг/100 см^3. Степень извлечения должна быть больше чем 90 %. Если степень извлечения равна или меньше чем 90 %, то материал для SPE не подходит для этой процедуры и должен быть заменен.

8 Вычисление и представление результатов

8.1 Вычисление содержания хрома (VI)

$$w_{Cr(VI)} = \frac{(A_1 - A_2) \cdot V_0 \cdot V_2 \cdot V_4}{V_1 \cdot V_3 \cdot m \cdot F}, \quad (1)$$

где $w_{Cr(VI)}$ — массовая доля экстрагируемого хрома (VI) в коже, мг/кг;

A_1 — оптическая плотность анализируемого раствора с дифенилкарбазидом (DPC);

A_2 — оптическая плотность анализируемого раствора без дифенилкарбазида (DPC);

F — угол наклона калибровочной кривой (y/x), см^3/мкг;

m — масса отобранного образца кожи, г;

V_0 — объем экстракта с образцом кожи, см^3;

V_1 — объем аликвоты, взятой из экстракта с образцом кожи, см^3;

V_2 — общий объем элюата S_1 после прохождения через колонку с SPE, для получения которого была отобрана аликвота V_1, см^3;
V_3 — объем аликвоты, взятой из элюата S_1, см^3;
V_4 — окончательный объем аликвоты, взятой из S_1, см^3.

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, %.

8.2 Степень извлечения (согласно 7.6.1)

$$\eta = \frac{(A_{1s} - A_{2s}) - (A_1 - A_2)}{\rho \cdot F} \cdot 100, \quad (4)$$

где η — степень извлечения, %;
ρ — массовая концентрация добавленного хрома (VI), мкг/см^3;
F — угол наклона калибровочной кривой, см^3/мкг;
A_{1s} — оптическая плотность анализируемого раствора после добавления хрома (VI) и дифенилкарбазида (DPC);
A_{2s} — оптическая плотность анализируемого раствора после добавления хрома (VI), но без дифенилкарбазида (DPC);
A_1 — оптическая плотность анализируемого раствора с дифенилкарбазидом (DPC);
A_2 — оптическая плотность анализируемого раствора без дифенилкарбазида (DPC).

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.

В случае обнаружения содержания хрома (VI) более 3 мг/кг, следует сравнить ультрафиолетовый и видимый спектры (UV/VIS) испытуемого раствора со спектрами стандартного раствора (см. 5.5), чтобы определить, является ли положительный результат результатом воздействия мешающих веществ.

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) толщину рабочего слоя используемой кюветы, если она не равна 40 мм;
e) содержание летучих веществ в коже в процентах (%) с округлением до 0,1 %;
f) степень извлечения в процентах (%), если ее значение ниже 80 % или выше 120 %;
g) любые отклонения от требований настоящего метода.

Приложение А
(справочное)

Материалы для твердофазной экстракции (SPE)

Если окрашенные вещества, например красители, совместно экстрагируются в процессе экстракции согласно 7.2, необходимо удалить эти потенциально мешающие вещества из раствора для экстракции.

Как показывает практика, эффективно удалять окрашенные вещества могут различные типы материалов для твердофазной экстракции, упакованные в небольшие колонки.

Количество экстрагируемых окрашенных веществ из кожи может различаться в зависимости от способа нанесения и закрепления красителя. Важно, чтобы совместно экстрагируемый краситель удалялся материалом колонки для SPE.

Примеры подходящих материалов для SPE[1)]:

- в межлабораторных испытаниях картриджи (патроны), заполненные 1 г материала с обращенной фазой (RP) (C18), и картриджи (патроны) Dionex (Dionex OnGuard® RP) были проверены;
- другие подходящие картриджи (патроны) поставляются Waters (WATERS Sep-Pak® Plus tC18);
- также подходящими материалами для SPE являются картриджи (патроны) с активированным силикатом магния, например Florisil®.

Для удаления окрашенных веществ в некоторых случаях целесообразно использовать более 1 г материала для SPE или других фаз. В любом случае степень извлечения должна быть проверена очень тщательно.

Активированный уголь оказался непригодным для обесцвечивания экстрактов.

[1)] Dionex OnGuard® RP, WATERS Sep-Pak® Plus tC18 и Florisil® являются примерами подходящих и доступных продуктов. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ISO данных продуктов.

Приложение В
(справочное)

Точность

Результаты, полученные в результате проведения в 2007 г. межлабораторных испытаний для двух типов кожи, приведены в таблицах В.1 и В.2.

Таблица В.1 — Показатели прецизионности, полученные при проведении межлабораторного испытания 1 для двух типов кожи

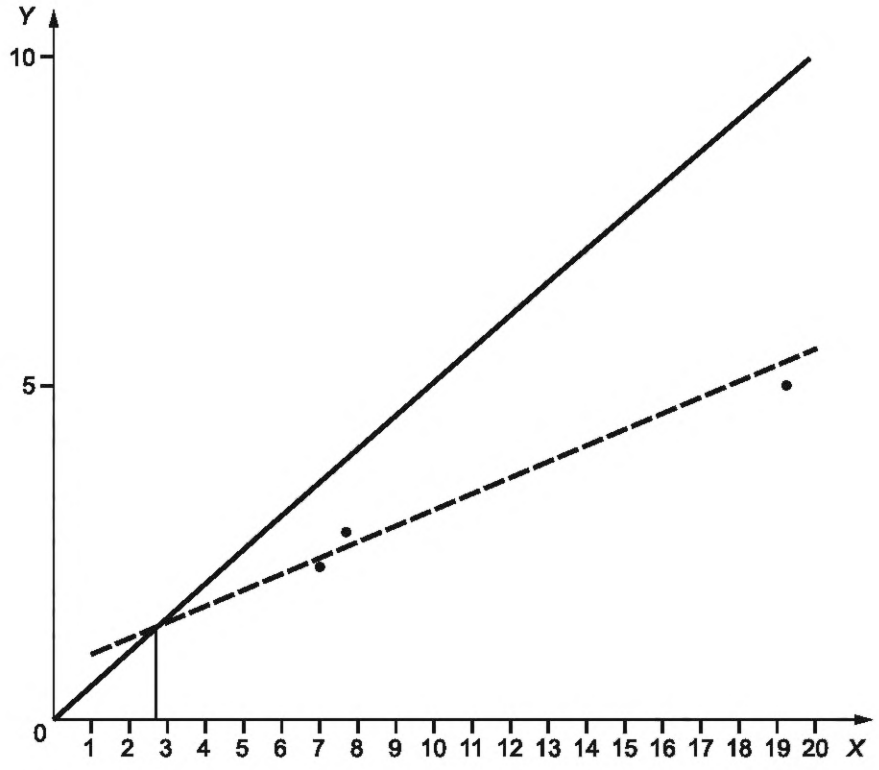
Значения в миллиграммах на килограмм (мг/кг)

Содержание хрома (VI) [a]	Повторяемость [b]	Воспроизводимость [b]
7,04	1,58	3,22
7,83	1,11	3,54
[a] Средние значения. [b] P = 0,95, коэффициент охвата 2,8.		

Таблица В.2 — Результаты испытания 2 для одного типа кожи

Лаборатория	Содержание хрома (VI), мг/кг			Среднее значение, мг/кг
1001a	19,40	18,70	19,3	19,13
1002a	20,60	21,30	21,7	21,20
1006a	21,80	22,20	21,8	21,93
1007a	19,00	18,00	21,0	19,33
1008a	25,00	24,30	24,9	24,73
1009a	19,20	17,80	18,3	18,43
1010a	16,80	13,60	13,7	14,70
501a	20,90	20,60	18,1	19,87
504a	22,00	20,00	19,00	20,33
505a	15,20	14,70	16,2	15,37
507a	24,10	23,40	25,7	24,40
508a	20,60	19,50	21,1	20,40
512a	18,70	15,40	16,5	16,87
2892a	18,40	19,00	—	18,70
2893a	16,40	16,40	—	16,40
2894a	19,40	19,30	18,9	19,20
Среднее значение — 19,4 мг/кг. Неопределенность — 5,0 мг/кг.				

Принимая во внимание данные, приведенные на рисунке В.1, предел количественного обнаружения метода составляет 3 мг/кг для среднего значения.



X — средние значения, полученные при межлабораторных испытаниях (2003—2005 гг.);
Y — неопределенности измерений, связанные со средним значением

Рисунок В.1 — Графическое определение предела обнаружения метода определения хрома (VI)

Приложение С
(справочное)

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

Данные, приведенные в таблице С.1, получены при межлабораторных испытаниях (в сентябре 2015 г.) с участием 13 лабораторий.

Таблица С.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 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 колориметрический, экстрагирование

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
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. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

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