ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (EACC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17072-2– 2021

КОЖА

Химическое определение содержания металлов
Часть 2
Общее содержание металлов

(ISO 17072-2:2019, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован

№ 15571

3 мая 2021 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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 4

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 30 апреля 2021 г. № 139-П)

За принятие стандарта 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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17072-2:2019 «Кожа. Химическое определение содержания металлов. Часть 2. Общее содержание металлов» («Leather — Chemical determination of metal content — Part 2: Total metal content», 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

5 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»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

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 2
7 Отбор и подготовка образцов 3
8 Проведение испытания 3
9 Вычисления и представление результатов 4
10 Протокол испыний 5
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний и пределы количественного определения 6
Библиография 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 8

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 металлов
Часть 2
Общее содержание металлов

Leather
Chemical determination of metal content
Part 2
Total metal content

Дата введения _____

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения общего содержания металлов в коже путем озоления (разложения) кожи 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 общее содержание металлов в коже; его применение не ограничено конкретными видами соединений металлов или степенью их окисления.

Метод применим для определения следующих металлов:

Алюминий (Al)	Медь (Cu)	Калий (K)
Сурьма (Sb)	Железо (Fe)	Селен (Se)
Мышьяк (As)	Свинец (Pb)	Кремний (Si)
Барий (Ba)	Магний (Mg)	Натрий (Na)
Кадмий (Cd)	Марганец (Mn)	Олово (Sn)
Кальций (Ca)	Ртуть (Hg)	Титан (Ti)
Хром (Cr) (кроме кож хромового дубления)	Молибден (Mo)	Цинк (Zn)
Кобальт (Co)	Никель (Ni)	Цирконий (Zr)

Этот метод также подходит для определения бора (B) в коже.

В случае кож хромового дубления часто более уместным является использование одного из ISO 5398-1, ISO 5398-2, ISO 5398-3, ISO 5398-4.

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

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

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)

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))

Издание официальное

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: https://www.iso.org/obp;
- электропедия IEC: http://www.electropedia.org/.

4 Сущность метода

Выполняют озоление образца кожи (см. ISO 4044) с использованием смеси трех кислот или микроволновое озоление до достижения полной минерализации. Остаток растворяют в воде и анализируют методами AAS, ICP или SFA (для ртути).

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

Для озоления методом Кьельдаля должны применяться реактивы с аналитической степенью чистоты. Для микроволнового озоления должны применяться ультрачистые (сверхчистые) кислоты. Все применяемые растворы являются водными растворами.

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

5.3 **Серная кислота** с концентрацией 98 % (по массе).

5.4 **Хлорная кислота** с концентрацией от 60 % до 70 % (по массе).

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

5.6 **Хлороводородная (соляная) кислота**, 37 %.

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

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) °C.

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

6.4 **Нагревательное оборудование для колб Кьельдаля**, оснащенное системой отвода газов.

6.5 **Длинногорлая колба Кьельдаля** для озоления объемом 1 л с обратным холодильником.

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

6.7 **Система вакуумного фильтрования для мембранных фильтров.**

6.8 **Магнитное перемешивающее устройство.**

6.9 **Кипелки (стеклянные бусины) для равномерного кипения.**

6.10 **Оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP-OEC)** (см. ISO 11885) с модулем генератора гидридов. Используемые газы должны быть аналитической степени чистоты.

6.11 **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.

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

6.13 Атомно-флуоресцентный спектрометр (SFA) для анализа ртути.

6.14 Мерные колбы вместимостью 50 и 100 мл.

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.

8 Проведение испытания

8.1 Кислотное озоление

Точно взвешивают 1 г подготовленного образца кожи (с точностью до 0,001 г), используя аналитические весы (см. 6.3), и помещают в длинногорлую колбу Кьельдаля для озоления (см. 6.5). Добавляют, используя мерный цилиндр, от 10 до 20 мл смеси трех кислот: азотной кислоты (см. 5.2), серной кислоты (см. 5.3) и хлорной кислоты (см. 5.4) — в соотношении 3 : 1 : 1, несколько стеклянных бусин для равномерного кипения (см. 6.9). Устанавливают в горло колбы воронку или насадку для улавливания брызг (каплеуловитель) и нагревают до кипения. Оставляют смесь для протекания реакции на нагревательном оборудовании (см. 6.4) до завершения озоления и прекращения выделения бурых паров диоксида азота. После завершения озоления нагревание прекращают. В случае неполного озоления дают колбе остыть, добавляют дополнительно от 10 до 20 мл смеси трех кислот и повторяют процедуру.

В случае определения свинца (Pb) процедура озоления должна выполняться отдельно с заменой серной кислоты (см. 5.3) на соляную кислоту (см. 5.6).

В случае определения высоколетучих металлов убеждаются в том, что в результате указанного открытого кислотного озоления не происходит частичная потеря данных элементов.

Предупреждение — Крайне важно не допускать прямого контакта образца кожи с хлорной кислотой из-за возможности возникновения реакции, сопровождаемой взрывом.

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

Для контроля загрязняющих веществ необходимо выполнять холостую процедуру. Аликвоту смеси кислот помещают в сосуд для образца и выполняют все процедуры в полном объеме, включая аналитические процедуры, как и для испытуемого образца.

8.2 Микроволновое озоление

Образец для анализа также может быть подготовлен с использованием метода микроволнового озоления (microwave-assisted digestion, MAD) или другого валидированного метода озоления. В случае применения данного метода процедура и количество образца должны быть соответствующим образом скорректированы. Взвешивают от 0,1 до 1,0 г подготовленного образца кожи с точностью до 0,001 г.

8.3 Анализ методами ICP, AAS и SFA

8.3.1 Общие положения

Готовят стандартные растворы сравнения для требуемых металлов в соответствии с ISO 11885 или ISO 15586, следя за тем, чтобы значения концентрации кислоты в данных растворах сравнения и в растворе пробы были одного порядка. Для калибровки готовят не менее четырех стандартных растворов сравнения плюс один калибровочный холостой раствор.

8.3.2 ICP

8.3.2.1 Общие положения

Растворы, полученные в 8.1 и 8.2, могут анализироваться 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.

8.3.2.2 ICP-OES

Настраивают ICP-OES (см. 6.10) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 11885. При необходимости определение As, Sb, Sn, Se и Hg проводят с использованием генератора гидридов, следуя инструкциям изготовителя.

Анализируют растворы, полученные в 8.1 и 8.2, относительно растворов сравнения металлов с известными концентрациями, используя ICP-OES (см. 6.10) на характеристической длине волны для каждого индивидуального элемента.

8.3.2.3 ICP-MS

Настраивают ICP-MS (см. 6.12) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 17294-2.

Анализируют растворы, полученные в 8.1 и 8.2, относительно растворов сравнения металлов с известными концентрациями, используя ICP-MS (см. 6.12) на характеристической ионной массе для каждого индивидуального элемента.

8.3.3 AAS

Подготавливают атомно-абсорбционный спектрометр (см. 6.11) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 15586. При необходимости определение As, Sb, Sn, Se и Hg проводят с использованием генератора гидридов, следуя инструкциям изготовителя.

Анализируют растворы, полученные в 8.1 и 8.2, относительно растворов сравнения металлов с известными концентрациями, используя AAS (см. 6.11) с подходящей лампой с полым катодом для каждого индивидуального элемента.

8.3.4 Анализ методом SFA

Настраивают SFA (см. 6.13) в соответствии с инструкциями изготовителя и используют рекомендуемые настройки, указанные в ISO 17852.

Анализируют раствор, полученный в 8.2, относительно растворов сравнения ртути с известной концентрацией, используя SFA (см. 6.13).

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

$$W_x = \frac{W_{x,i}}{m} \times V_1 \times F_d,$$

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

$W_{x,i}$ — концентрация 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 мерной колбы, использовавшейся для озоления, выраженный в миллилитрах (мл);

Fd — коэффициент разбавления, если раствор, полученный в 6.5, необходимо разбавить.

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 общего содержания металлов, 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 [5]	ISO 5725-5:1998 [6]
Число участвовавших лабораторий	8	8
Общее среднее значение (мг/кг)	162,31	163,48
Стандартное отклонение повторяемости	5,216	5,498
Относительное стандартное отклонение повторяемости	3,21	3,36
Межлабораторное стандартное отклонение	27,5	64
Стандартное отклонение воспроизводимости	28,053	29,093
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости	17,28	17,80
Коэффициент повторяемости	14,76	15,56
Коэффициент воспроизводимости	79,39	82,33

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

Библиография

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

[2] ISO 5398-2 Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 2: Quantification by colorimetric determination (Кожа. Химическое определение содержания оксида хрома. Часть 2. Количественное определение колориметрическим методом)

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

[4] ISO 5398-4 Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 4: Quantification by inductively coupled plasma (ICP) (Кожа. Химическое определение содержания оксида хрома. Часть 4. Количественное определение методом индуктивно связанной плазмы (ИСП))

[5] 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)

[6] 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)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 2418	IDT	ГОСТ ISO 2418—2013 Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Установление места отбора проб (ISO 2418:2002)
ISO 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля (ISO 3696:1987)
ISO 4044	IDT	ГОСТ ISO 4044—2014 Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний (ISO 4044:2008)
ISO 4684	IDT	ГОСТ ISO 4684—2015 Кожа. Химические испытания. Метод определения содержания летучих веществ (ISO 4684:2005)
ISO 11885	–	*
ISO 15586	–	*
ISO 17294-2	IDT	ГОСТ ISO 17294-2—2019 Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 2. Определение некоторых элементов, включая изотопы урана (ISO 17294-2:2016)
ISO 17852	–	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта или гармонизированный с ним государственный стандарт страны, на территории которой применяется настоящий стандарт. Информация о наличии перевода международного стандарта — в национальных фондах стандартов.

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

- IDT — идентичный стандарт.

УДК МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, общее содержание металлов, химическое определение, спектрометрия, озоление, микроволновое озоление, масс-спектрометрия, эмиссионная спектрометрия, индуктивно связанная плазма, атомно-абсорбционная спектрометрия, спектрометрия атомной флуоресценции