

O‘ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

**Teri - Formaldegid tarkibini kimyoviy aniqlash - 1-qism: Yuqori samarali suyuqlik
xromatografiyasidan foydalanish usuli**

(ISO 17226-1:2021, IDT)

Rasmiy nashr

O‘zbekiston standartlar instituti

Toshkent

So‘z boshi

1 O‘zbekiston standartlar instituti tomonidan QABUL QILISHGA TAQDIM ETILDI.

2 O‘zbekiston standartlar institutining 2024-yil 45/XSt-sonli buyrug‘i bilan TASDIQLANDI.

3 Ushbu standart ISO 17226-1:2021 “Leather — Chemical determination of formaldehyde content — Part 1: Method using high-performance liquid chromatography” xalqaro standartiga aynan o‘xshash.

4 DASTLABKI AMALGA KIRITILISHI

Ushbu standart va unga bo‘lgan o‘zgartishlarni O‘zbekiston hududida amalga kiritish haqidagi axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi. Ushbu standartni qayta ko‘rib chiqish yoki bekor qilish haqidagi muvofiq axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi.

Ushbu standartni O‘zbekiston Respublikasi hududida rasmiy chop etish mutlaq huquqi O‘zbekiston standartlar institutiga tegishli

Mundarija

1	Qo‘llanish doirasi.....	1
2	Standartlarga havolalar.....	1
3	Atama va ta’riflar.....	1
4	Muvofiqlik.....	2
5	Tamoyil.....	2
6	Reaktivlar.....	2
7	Qurilmalar.....	2
8	Namuna olish.....	3
9	Namuna tayyorlash va tahlil qilish.....	3
10	Natijalarni ifodalash.....	5
11	Sinov hisoboti.....	6
	A ilova (ma’lumot uchun) Aniqlik: HPLC usulining ishonchliligi.....	7
	B ilova (ma’lumot uchun) HPLC shartlari.....	8
	Bibliografiya.....	9

Muqaddima

ISO (Xalqaro Standartlashtirish Tashkiloti) - milliy standartlar organlari (ISO a'zo organlar) butun dunyo federatsiyasi hisoblanadi. Xalqaro standartlarni tayyorlash bo'yicha ishlar odatda ISO texnik qo'mitalari tomonidan amalga oshiriladi. Texnik qo'mita tashkil etilgan mavzudan manfaatdor bo'lgan har bir a'zo organ ushbu qo'mitada vakillik qilish huquqiga ega. Ishda ISO bilan hamkorlik qiluvchi xalqaro tashkilotlar, davlat va nodavlat tashkilotlar ham ishtirok etmoqda. ISO Xalqaro elektrotexnika komissiyasi (IEC) bilan elektr standartlashtirishning barcha masalalari bo'yicha yaqin hamkorlik qiladi.

Ushbu standartni ishlab chiqishda qo'llaniladigan protseduralar va uni keyingi ta'mirlash uchun mo'ljallangan protseduralar ISO/IEC direktivalarining 1-qismida tasvirlangan. Xususan, har xil turdagi ISO hujjati uchun zarur bo'lgan turli tasdiqlash mezonlariga e'tibor qaratish lozim. Ushbu hujjat ISO/IEC direktivalarining 2-qismining tahrir qoidalariga muvofiq ishlab chiqilgan (qarang: www.iso.org/directives).

ISO ushbu standartni amalga oshirish (a) patent(lar)dan foydalanishni o'z ichiga olishi mumkinligiga e'tibor qaratadi. ISO har qanday da'vo qilingan patent huquqlarining dalillari, haqiqiyliги yoki qo'llanilishiga nisbatan hech qanday pozitsiyani egallamaydi. Ushbu hujjat nashr etilgan sanadan boshlab, ISO ushbu hujjatni amalga oshirish uchun talab qilinishi mumkin bo'lgan (a) patent(lar) haqida xabar olmagan. Biroq, amalga oshiruvchilar bu www.iso.org/patents saytida mavjud bo'lgan patent ma'lumotlar bazasidan olinishi mumkin bo'lgan eng so'nggi ma'lumotni anglatmasligi mumkinligi haqida ogohlantiriladi. ISO patent huquqlarining birortasini yoki barchasini aniqlash uchun javobgar emas.

Ushbu standartda foydalanilgan har qanday savdo nomi foydalanuvchilarning qulayligi uchun berilgan ma'lumotdir va tasdiqni tashkil etmaydi.

Standartlarning ixtiyoriyligi, muvofiqlikni baholash bilan bog'liq ISO maxsus atamaları va iboralarining ma'nosi, shuningdek, savdodagi texnik to'siqlar (TBT) bo'yicha ISO ning Jahon Savdo Tashkilotining (JST) tamoyillariga sodiqligi haqida ma'lumot olish uchun qarang. www.iso.org/iso/foreword.html.

Ushbu hujjat Xalqaro charm texnologlari va kimyogarlari jamiyatlari ittifoqining Kimyoviy sinov komissiyasi (IUC komissiyasi, IULTCS) tomonidan Evropa standartlashtirish qo'mitasi (CEN) CEN/TC 289 Texnik qo'mitasi bilan hamkorlikda tayyorlangan, kotibiyati UNI tomonidan ISO va CEN o'rtasidagi texnik hamkorlik to'g'risidagi bitimga (Vena kelishuvi) muvofiq o'tkaziladi. Ushbu hujjat 2003-yil 31-mayda Meksikaning Kankun shahrida bo'lib o'tgan IULTCS delegatlarining yig'ilishida rasmiy usul deb e'lon qilingan IUC 19 usulining Kolorimetrik bo'limiga texnik jihatdan o'xshaydi.

IULTCS, dastlab 1897 yilda tashkil etilgan bo'lib, charm fan va texnologiyasini yanada rivojlantirish uchun professional charm jamiyatlarining butun dunyo bo'ylab tashkilotidir. IULTCS ning uchta komissiyasi mavjud bo'lib, ular teridan namuna olish va sinovdan o'tkazish uchun xalqaro usullarni o'rnatish uchun mas'uldir. ISO IULTCSni teri uchun sinov usullarini tayyorlash bo'yicha xalqaro standartlashtiruvchi organ sifatida tan oladi.

Ushbu uchinchi nashr texnik jihatdan qayta ko'rib chiqilgan ikkinchi nashrni (ISO 17226-1: 2018) bekor qiladi va almashtiradi.

Oldingi nashrga kiritilgan asosiy o'zgarishlar quyidagilardan iborat:

— 6-banddagi reagentlar ro'yxati qayta tashkil etildi.

— Dinitrofenilgidrazin (DNPH) eritmasining (6.10) tarkibi o'zgargan. U endi konsentrlangan o-fosfor kislotasini o'z ichiga olmaydi. Kislotada ba'zi ekstraksiya

qilingan sintetik ko'nlashtiruvchi moddalar va qatronlar vaqt o'tishi bilan formaldegidni chiqarishda davom etishi mumkin, bu esa noto'g'ri yuqori natijalar beradi.

— DNPH (6.10) eritmasi tarkibining o'zgarishi bilan oldingi nashrdagi reaksiya vaqtini cheklash endi kerak emas. 9.2.2 da reaksiya vaqti va harorat mos ravishda 180 minut va 50 °C ga oshirildi. Shunday qilib, 9.2.2, 9.2.3.1 va 9.2.3.2-bandlardagi matn o'zgartirildi.

— Yangi 10-band qo'shildi.

— A ilovasida yangi hamkorlikdagi laboratoriyalararo sinov natijalari keltirilgan.

— B ilovasi texnik jihatdan qayta ko'rib chiqilgan.

ISO 17226 seriyasidagi barcha qismlar ro'yxatini ISO veb-saytida topish mumkin.

Ushbu hujjat bo'yicha har qanday fikr-mulohazalar yoki savollar foydalanuvchining milliy organ standartlariga yo'naltirilishi kerak. Ushbu organlarning to'liq ro'yxatini www.iso.org/members.html saytida topish mumkin.

O‘ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

Teri - Formaldegid tarkibini kimyoviy aniqlash - 1-qism: Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasidan foydalanish usuli

Кожа. Химическое определение содержания формальдегида. Часть 1. Метод с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии

Leather — Chemical determination of formaldehyde content — Part 1: Method using high-performance liquid chromatography

Amalga kiritish sanasi 12.10.2024

1 Qo‘llanish doirasi

Ushbu hujjat teridagi erkin va ajraladigan formaldegidni aniqlash usulini belgilaydi. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasiga (HPLC) asoslangan bu usul tanlangan va rangli ekstraktlarga sezgir emas va formaldegidning aniq miqdorini aniqlash uchun mo‘ljallangan.

Formaldegid miqdori standart foydalanish sharoitida teridan suv ekstrakti tarkibidagi gidroliz natijasida olingan erkin formaldegid va formaldegid miqdori hisoblanadi.

2 Standartlarga havolalar

Quyidagi standart ushbu matndagi havolalar orqali ushbu Xalqaro standart qoidalarini tashkil etuvchi qoidalarni o‘z ichiga oladi. Nashr qilingan paytda ko‘rsatilgan nashr haqiqiy bo‘lgan. Barcha standartlar qayta ko‘rib chiqilishi kerak va ushbu Xalqaro standartga asoslangan shartnomalar taraflari quyida ko‘rsatilgan standartning eng so‘nggi nashrini qo‘llash imkoniyatini tekshirishlari tavsiya etiladi.

ISO 2418 Teri - Kimyoviy, fizik-mexanik va chidamlilik sinovlari - Namuna olish joyi (ISO 2418, Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location)

ISO 3696 Analitik laboratoriyada foydalanish uchun suv - Spetsifikatsiya va sinov usullari (ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

ISO 4044, Teri - Kimyoviy sinovlar - Kimyoviy sinov namunalarini tayyorlash (ISO 4044, Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples)

ISO 4684, Teri - Kimyoviy sinovlar - Uchuvchi moddalarni aniqlash (ISO 4684, Leather — Chemical tests — Determination of volatile matter)

3 Atama va ta’riflar

Ushbu hujjatda atamalar va ta’riflar ko‘rsatilmagan.

ISO va IEC standartlashtirishda foydalanish uchun terminologik ma’lumotlar bazasini quyidagi manzillarda saqlaydi:

— ISO Onlayn ko‘rish platformasi: [https:// www .iso .org/ obp](https://www.iso.org/obp) manzilida mavjud

— IEC Electropedia: [https:// www .electropedia .org/](https://www.electropedia.org/) saytida mavjud

4 Muvofiqlik

ISO 17226-2 bilan taqqoslaganda, ikkita analitik usul o‘xshash tendentsiyalarni berishi kerak, lekin bir xil mutlaq natijani berishi shart emas. Shuning uchun, bahsli holatlarda ushbu hujjatdagi usul ISO 17226-2 ga ustunlik sifatida qo‘llaniladi.

5 Tamoyil

Jarayon selektivdir. Formaldegid HPLC yordamida boshqa aldegidlar va ketonlardan hosila sifatida ajratiladi va miqdori aniqlanadi. Aniqlangan erkin formaldegid va formaldegid ekstraksiya paytida gidrolizlanib, erkin formaldegid hosil bo‘ladi.

Namuna 40 °C da detarjan eritmasi bilan suziladi. Eluat 2,4-dinitrofenilgidrazin (DNPH) bilan aralashtiriladi, bunda aldegidlar va ketonlar reaksiyaga kirishib, tegishli gidra-zonlar hosil qiladi. Ular ultrabinafsha (UV) detektori yoki diodli massiv detektori (DAD) bilan teskari fazali HPLC yordamida ajratiladi.

6 Reaktivlar

Agar boshqacha ko‘rsatilmagan bo‘lsa, faqat tan olingan analitik darajadagi reagentlardan foydalaning. Barcha eritmalar suvli eritmalaridir.

6.1 Suv, ISO 3696 ga muvofiq 3-darajali

6.2 Formaldegid eritmasi, CAS №. 50-00-0, taxminan 37% (massa ulushi).

Formaldegid yoki formaldegid-2,4-DNPH ning sertifikatlangan eritmaları tijoratda mavjud. Ushbu echimlardan foydalanilganda, 9.1-banddagi protsedura talab qilinmaydi.

6.3 Yod eritmasi, CAS № 7553-56-2, 0,05 mol/l, ya’ni litr uchun 12,68 g yod.

6.4 Natriy gidroksid eritmasi, CAS № 1310-73-2, 2,0 mol/l.

6.5 Sulfat kislota eritmasi, CAS № 7664-93-9, 2,0 mol/l.

6.6 Natriy tiosulfat eritmasi, CAS № 10102-17-7, 0,1 mol/l.

6.7 Kraxmal eritmasi, CAS № 9005-84-9, 1%, ya’ni 100 ml suvda 1 g.

6.8 Asetonitril, CAS № 75-05-8, LC darajasi.

6.9 Natriy dodesilsulfonat, CAS № 2386-53-0 yoki natriy dodesilsulfat, CAS № 151-21-3 (detarjan eritmasi), 0,1 %, 1 g 1000 ml suvda.

6.10 Dinitrofenilgidrazin (DNPH) eritmasi, CAS №. 119-26-6, 100 ml asetonitrilda (6.8) eritilgan 0,3 g DNPH (2,4-dinitrofenilhidrazin) dan iborat.

7 Qurilmalar

Odatiy laboratoriya jihozlaridan, xususan, quyidagilardan foydalaning:

7.1 10 ml, 500 ml va 1 000 ml hajmli o‘lchov kolbalari.

7.2 100 ml va 250 ml sig‘imli tiqinli yoki vintli qopqoqli konussimon kolbalar.

7.3 Shisha tolali filtrlı filtr, GF8 (yoki shisha filtrlı filtr G 3, diametri 70 mm dan 100 mm gacha).

7.4 Suv hammomi, termostatik (40 ± 2) °C ga qadar boshqariladigan, kolba chayqagich bilan jihozlangan, chastota (50 ± 10) rpm/min.

7.5 Suv hammomi yoki pech, (50 ± 2) °C gacha termostat bilan boshqariladi.

7.6 UV yoki DAD aniqlash bilan HPLC tizimi.

7.7 Membran filtri, masalan, poliamid, 0,45 mkm.

7.8 Analitik tarozi, aniqligi 0,1 mg.

8 Namuna olish

Iloji bo'lsa, ISO 2418 ga muvofiq namuna oling. Agar ISO 2418 ga muvofiq namuna olish imkoni bo'lmasa (masalan, poyabzal, kiyim-kechak kabi tayyor mahsulotlardan terilar), sinov hisoboti bilan birga namuna olish haqida batafsil ma'lumot bering. Yelim qoldiqlari teri namunalaridan mexanik ravishda olib tashlanishi kerak.

Teri namunasini ISO 4044 ga muvofiq bo'laklarga bo'ling.

Agar natija quruq modda asosida taqdim etilsa, namlik miqdorini hisoblash uchun ISO 4684 ga muvofiq yana bir xil teri namunasini sinab ko'ring.

9 Namuna tayyorlash va tahlil qilish

9.1 Stok eritmasida formaldegidni aniqlash tartibi

9.1.1 Formaldegid eritmasini tayyorlash

Taxminan 100 ml suv (6.1) bo'lgan 1000 ml hajmli o'lchov kolbasiga (7.1) 5 ml formaldegid eritmasidan (6.2) pipetka bilan soling va so'ngra kolbani suv (6.1) bilan belgigacha to'ldiring. Bu formaldegid eritmasi yechimi.

9.1.2 Aniqlash

250 ml li konussimon kolbaga (7,2) shu eritmadan 10 ml pipetka solinadi va 50 ml yod eritmasi bi-lan aralashtiriladi.

(6.3). Sarg'ayguncha natriy gidroksidi (6.4) qo'shing. 18 °C dan 26 °C gacha bo'lgan haroratda (15 ± 1) daqiqa reaksiyaga kirishiga ruxsat bering va keyin aylanayotganda 15 ml sulfat kislota (6,5) qo'shing.

2 ml kraxmal eritmasi (6,7) qo'shilgandan so'ng, ortiqcha yod natriy tiosulfat (6,6) bilan rangi o'zgarmaguncha titrlanadi. Uchta individual qaror qabul qiling.

Kamida ikkita bo'sh eritmani xuddi shu tarzda titrlang.

Formaldegid eritmasining konsentratsiyasi formula (1) bo'yicha hisoblanadi.

$$\rho_{FA} = \frac{(V_0 - V_1) \times c_1 \times M_{FA}}{2} \quad (1)$$

Bu yerda

ρ_{FA} – formaldegid eritmasining konsentratsiyasi, 10 ml ga milligramda (mg/10 ml);

V_0 – bo'sh eritma uchun tiosulfat eritmasining titri, millilitrda (ml);

V_1 – namuna eritmasi uchun tiosulfat eritmasining titri, millilitrda (ml);

M_{FA} – formaldegidning nisbiy molekulyar massasi, 30,02 g/mol;

c_1 – tiosulfat eritmasining konsentratsiyasi, litr uchun mol (mol/l).

9.2 HPLC usulida teridagi formaldegidni aniqlash tartibi

9.2.1 Terini olish

100 ml konussimon kolbaga ($2 \pm 0,1$) g charm bo'laklarini 0,01 g aniqlikda torting. 50 ml detarjen eritmasi (6,9) qo'shing (oldindan $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ da qizdirilgan) va konussimon kolbani tiqin yoki vintli qopqoq bilan mahkamlang. Kolba tarkibini suv hammomida (7.4) (60 ± 2) daqiqa davomida (40 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ da chayqatib turing. Iliq ekstrakt eritmasini darhol filtrlang. Masalan, shisha tolali filtr (7.3) orqali vakuumda filtrlang (50 mbardan kam bo'lmagan holda foydalaning). Filtrni yopiq kolbada xona haroratiga qadar ($18\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $26\text{ }^{\circ}\text{C}$ gacha) sovutib oling.

Teri-eritma nisbatini o'zgartirmang. Ekstraksiya va derivatizatsiya bosqichi bir ish kunida bajarilishi kerak.

9.2.2 DNPH bilan derivatizatsiya va HPLC pipetka yordamida teridagi formaldegidni aniqlash

4,0 ml asetonitril (6,8), filtrlangan elyuatning 5,0 ml alikvoti (9.2.1) va 0,5 ml DNPH eritmasidan (6,10) 10 ml hajmli o'lchov kolbasiga (7,1) pipetka bilan soling. Kolbani (50 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ da (180 ± 5) daqiqa davomida oldindan qizdirilgan suv hammomiga yoki pechga (7,5) qo'ying. Kolbani xona haroratiga qadar sovutib oling ($18\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $26\text{ }^{\circ}\text{C}$ gacha). O'lchov kolbasiga suv (6.1) belgisigacha to'ldiring va komponentlarni aralashtirish uchun uni qo'l bilan qisqa chayqating. Agar kerak bo'lsa, membrana filtri (7.7) orqali filtrlang va HPLC (7.6) yordamida namunani tahlil qiling. Tegishli HPLC shartlari bo'yicha takliflar B ilovasida keltirilgan.

Formaldegidning yuqori miqdori ($>100\text{ mg/kg}$) uchun suv bilan 5 ml dan 5 ml gacha bo'lgan alikvotlar hosil qiling (6.1). Formaldegid miqdori taxminan 500 mg/kg bo'lganda protseduraga misol: pipetka bilan 4,0 ml asetonitril (6,8), filtrlangan elyuatning 0,5 ml alikvoti (9.2.1), 4,5 ml suv (6,1) va 0,5 ml DNPH eritmasi (6.10) 10 ml hajmli o'lchov kolbasiga (7.1). Keyin oldingi xatboshida tasvirlangan tartibni bajaring.

9.2.3 HPLC kalibrlash

9.2.3.1 Formaldegid eritmasi bilan kalibrlash

9.1.1-bandda olingan, tarkibida aniq ma'lum bo'lgan formaldegid eritmasidan 1 ml dan taxminan 100 ml suv (6.1) bilan to'ldirilgan 500 ml hajmli o'lchov kolbasiga (7.1) soling. Aralashtiring va suv (6.1) bilan belgigacha to'ldiring, keyin yana aralashtiring. Ushbu eritma kalibrlash uchun standart eritma hisoblanadi, ya'ni standart eritma taxminan $4\text{ }\mu\text{g}$ formaldegid/ml ni tashkil qiladi.

Kamida to'rtta kalibrlash eritmasi qo'llanilishi kerak. 4 ml dan asetonitrilni (6,8) 10 ml li to'rtta o'lchov kolbasiga (7,1) soling, so'ng $0,1\text{ mkg/ml}$ dan $2,0\text{ mkg/ml}$ gacha bo'lgan formaldegid konsentratsiyasini qoplash uchun standart eritma qo'shing. (Bu ma'lum sharoitlarda teri konsentratsiyasi 5 mg/kg dan 100 mg/kg gacha bo'lgan teridagi formaldegidga to'g'ri keladi.)

Kalibrlash eritmasi qo'shilgandan so'ng darhol har bir kolba aralashtiriladi va 0,5 ml DNPH eritmasi qo'shiladi (6.10).

Kolbani (50 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ da (180 ± 2) daqiqa davomida oldindan qizdirilgan suv hammomiga (7,4) yoki pechga (7,5) qo'ying. Kolbani xona haroratiga ($18\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan $26\text{ }^{\circ}\text{C}$ gacha) sovutib oling, o'lchov kolbasini demineralizatsiyalangan suv (6.1) bilan belgigacha to'ldiring va komponentlarni aralashtirish uchun qo'l bilan qisqa chayqatiladi. Keyin HPLC (7.6) yordamida kalibrlash eritmalarini tahlil qiling. Tegishli HPLC shartlari bo'yicha takliflar B ilovasida keltirilgan.

O'lchangan formaldegid hosilasining cho'qqi maydoniga nisbatan kalibrlash grafigida kontsen-tratsiyalarni ml ga mikrogramda ko'rsating. X o'qi: ml ga mikrogramdagi konsentratsiya, y o'qi: te-palik maydoni. Oddiy HPLC xromatogrammasining namunasi B.1-rasmda keltirilgan.

9.2.3.2 DNPH-formaldegid hosilasi bilan kalibrlash

Kamida to'rtta kalibrlash eritmasi qo'llanilishi kerak. 4 ml dan asetonitrilni (6,8) 10 ml li to'rtta o'l-chov kolbasiga (7,1) soling, so'ngra 0,1 mkg/ml dan 2,0 mkg/ml gacha bo'lgan formaldegid kon-sentratsiyasi oralig'ini qoplash uchun kalibrlash eritmasini qo'shing. (Bu ma'lum sharoitlarda teri konsentratsiyasi 5 mg/kg dan 100 mg/kg gacha bo'lgan teridagi formaldegidga to'g'ri keladi.)

O'lchov kolbasiga demineralizatsiyalangan suv (6.1) belgisigacha to'ldiring va komponentlarni aralashtirish uchun uni qo'l bilan qisqa chayqating.

Keyin HPLC (7.6) yordamida kalibrlash eritmalarini tahlil qiling. Tegishli HPLC shartlari bo'yicha takliflar B ilovasida keltirilgan.

O'lchangan formaldegid hosilasining cho'qqi maydoniga nisbatan kalibrlash grafigida kontsen-tratsiyalarni ml ga mikrogramda ko'rsating. x o'qi: 1 ml ga mikrogramlarda konsentratsiya, y o'qi: eng yuqori maydon.

10 Natijalarni ifodalash

10.1 Teri namunalarida formaldegid miqdorini hisoblash

Namunadagi formaldegid konsentratsiyasi formula (2) bo'yicha hisoblanadi.

$$w_F = \frac{\rho_s \times F}{m} \quad (2)$$

By yerda

w_F – 0,1 mg/kg gacha yaxlitlangan mg/kg dagi namunadagi formaldegidning massa ulushi;

ρ_s – kalibrlash grafigidan olingan formaldegidning mkg/ml dagi massa konsentratsiyasi;

F – ml da suyultirish koeffitsienti, odatda 100 (allikvot uchun 50 ml ekstraktsiya hajmi \times 2);

m – terining grammdagi massasi.

10.2 Spiking - tiklanish tezligini aniqlash

Qayta tiklash tezligini aniqlash majburiy emas. Agar kerak bo'lsa, quyidagi tartibni qo'llash mum-kin.

4 ml asetonitrilni (6.8) 10 ml hajmli o'lchov kolbasiga (7.1) soling va 9.2.1.da ko'rsatilgandek olingan filtratdan 2,5 ml alikvot qo'shing. Keyin kerakli hajmdagi formaldegid standart eritmasini qo'shing.

Ushbu eritmani 9.2.2-bandda tavsiflangan protsedura bo'yicha qayta ishlang va xuddi shu protsedura bo'yicha rS2 ni aniqlang. Aniqlashni amalga oshiring va sinov hisobotida qiymat haqida xabar bering.

Qayta tiklash tezligi formula (3) bo'yicha hisoblanadi.

$$R_R = \frac{(\rho_{S2} - 0,5\rho_{S1}) \times 100}{\rho_{FA1}} \quad (3)$$

Bu yerda

R_R – 0,1% gacha yaxlitlangan foizda tiklanish darajasi;

ρ_{S2} – kalibrlash grafigidan olingan formaldegid konsentratsiyasi mkg/ml;

ρ_{S1} – mkg/ml dan tiklanmagan namunadagi formaldegid konsentratsiyasi;

ρ_{FA1} – mkg/ml dagi formaldegidning keskin miqdori

10.3 Natijalarni ifodalash

Formaldegid konsentratsiyasini sinovdan o'tgan teri namunasining massasiga qarab 0,1 mg / kg aniqlikda ifodalang.

Natijalar quruq modda asosida taqdim etilishi kerak bo'lsa, natijalarni, wF ni $100/(100 - w)$ koef-fitsientiga ko'paytiring, bu erda w ISO 4684 bo'yicha foizda (%) namlik miqdoridir. natijalar quruq modda asosida taqdim etiladi, buni sinov hisobotida aniq ko'rsating.

10.4 Aniqlik

Ushbu hujjat bilan formaldegidning 5 mg / kg gacha bo'lgan konsentratsiyasini aniqlash mumkin. Laboratoriyalararo hamkorlikdagi sinovlar natijalari uchun A ilovasiga qarang.

11 Sinov hisoboti

Sinov hisobotida quyidagilar bo'lishi kerak:

- a) ushbu hujjatga havola (masalan, ISO 17226-1:2021);
- b) tahlil qilinadigan teri namunasining belgilanishi va foydalanilgan namuna olish usuli;
- c) formaldegid miqdori mg/kg;
- d) tahliliy protseduradan har qanday og'ishlar, ayniqsa bajarilgan har qanday qo'shimcha qadamlar;
- e) aniqlangan bo'lsa, quruq modda asosida natijalar;
- f) sinov sanasi

A ilova
(ma'lumot uchun)

Aniqlik: HPLC usulining ishonchliligi

A.1-jadvalda keltirilgan ma'lumotlar formaldegidning noma'lum darajalari bo'lgan teri namunalari bo'yicha sakkizta laboratoriya bilan hamkorlikda o'tkazilgan sinovda olingan.

A.1- jadval — Birgalikda o'tkazilgan sinovning statistik ma'lumotlari

Teri namu- nasi	\bar{X} mg/kg	S_r mg/kg	S_R mg/kg
A	9,7	0,85	2,56
B	17,1	1,94	5,37
C	73,0	1,61	7,87
D	37,5	2,62	4,43
E	60,0	2,49	4,51
H	15,5	3,17	3,17
L	7,7	0,28	3,64
Kalit \bar{X} : formaldegidning o'rtacha qiymati S_r : takrorlanuvchanlikning standart og'ishi S_R : takrorlanuvchanlikning standart og'ishi			

B ilova
(ma'lumot uchun)

HPLC shartlari

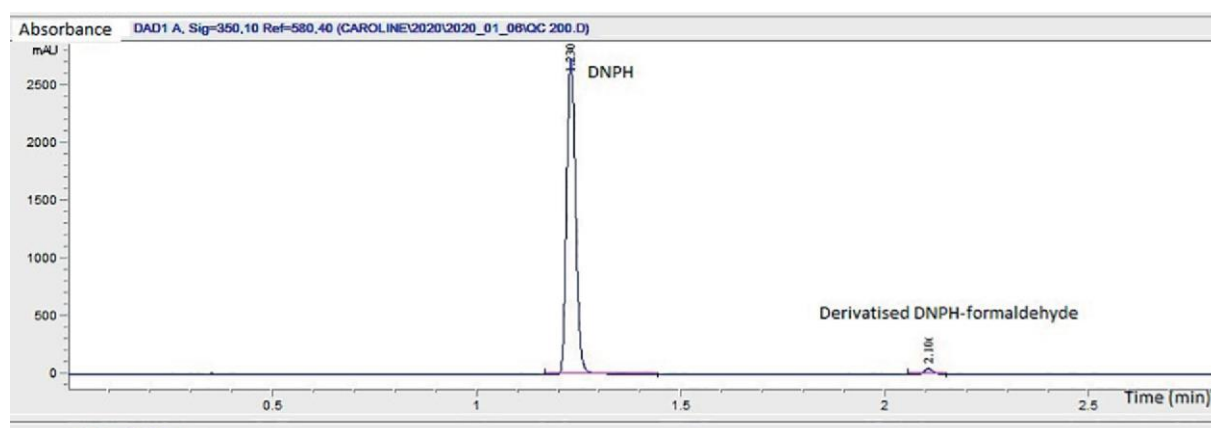
Oqim tezligi: 1,0 ml/min

Mobil faza: asetonitril/suv, 60:40

Ajratish ustuni: C18 teskari fazali ustun (150 mm × 3 mm, 2,6 mkm)

UVni aniqlash to'liq uzunligi: (355 ± 5) nm

In'ektsiya hajmi: 10 µl



Kalit

X vaqt (min)

Y absorbansi

B.1-Rasm — HPLC xromatogrammasiga misol

Bibliografiya

[1] ISO 17226-2, Leather — Chemical determination of formaldehyde content — Part 2:
Method using colorimetric analysis

Bibliografik ma’lumotlar

SUT 59.140.30