

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

**Teri - xrom oksidi tarkibini kimyoviy aniqlash - 3-qism: Atom-absorbsion spektrometriya
yordamida miqdorni aniqlash**

Rasmiy nashr

NATIONAL STANDARD OF UZBEKISTAN

**Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 3:Quantification by
atomic absorption spectrometry**

Official edition

**Ushbu standartni O'zbekiston Respublikasi hududida rasmiy chop etish mutloq
huquqi O'zbekiston standartlar institutiga tegishli**

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

Teri - xrom oksidi tarkibini kimyoviy aniqlash - 3-qism: Atom-absorbsion spektrometriya
yordamida miqdorni aniqlash

Rasmiy nashr

(ISO 5398-3:2018, IDT)

O'ZBEKISTON STANDARTLAR INSTITUTI

Toshkent

SO‘Z BOSHI

1. O‘zbekiston standartlar instituti tomonidan ISHLAB CHIQILDI VA TASDIQLASHGA TAQDIM ETILDI.

2. O‘zbekiston standartlar institutining 2024 yil 15-iyuldagi 37/XSt-sonli buyrug‘i bilan TASDIQLANDI.

3. Ushbu standart ISO 5398-3:2018 “Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 3: Quantification by atomic absorption spectrometry” standartiga aynan o‘xshash

4. DASTLABKI JORIY ETILISHI

Ushbu standartni va unga bo‘lgan o‘zgartishlarni O‘zbekiston hududida joriy etish haqidagi axborot O‘zbekiston texnik jihatdan tartibga solish agentligi tomonidan nashr etiladigan ko‘rsatkichda chop etiladi. Ushbu standartni qayta ko‘rib chiqish yoki bekor qilish haqidagi muvofiq axborot O‘zbekiston texnik jihatdan tartibga solish agentligi tomonidan nashr etiladigan axborot ko‘rsatkichida chop etiladi.

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

Mundarija

Muqaddima	V
Kirish	VI
1 Qo‘llash doirasi	1
2 Standartlarga havolalar	1
3 Atamalar va ta’riflar	1
4 Prinsip	2
5 Namuna olish va namuna tayyorlash	2
6 Reaktivlar	2
6.1 Nam oksidlanish usuli uchun reagentlar	2
6.2 Atom yutilish spektrometriyasi uchun reagentlar	2
7 Qurilma	2
8 Usullar	2
8.1 Analitik eritma tayyorlash	2
8.1.1 Nam oksidlanish usuli	2
8.1.2 Mikroto‘lqinli pechda hazm qilish usuli	3
8.2 Suvli eritmani o‘lchash	3
8.2.1 Umumiy	3
8.2.2 Kalibrlash grafigini tayyorlash	3
8.2.3 Sinov eritmasini tahlil qilish	3
9 Natijalarni hisoblash va ifodalash	3
10 Sinov hisoboti	4
A ilova_(ma’lumot)_Suv va boshqa uchuvchi moddalarni aniqlash	5
B ilova_(ma’lumot)_Tegishli atomik absorbsion spektrometriya (AAS) uskunalari	6
Bibliografik ma’lumotlar	7

Muqaddima

ISO (Xalqaro standartlashtirish tashkiloti) - milliy standartlar organlarining (ISO a’zolari) butun dunyo federatsiyasi. Xalqaro standartlarni tayyorlash bo’yicha ishlar odatda ISO texnik qo’mitalari orqali 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 hamkorlikda xalqaro tashkilotlar, davlat va nodavlat tashkilotlar ham ishtirok etmoqda. ISO Xalqaro elektrotexnika komissiyasi (IEC) bilan elektrotexnika standartlashtirishning barcha masalalari bo’yicha yaqindan hamkorlik qiladi.

Ushbu hujjatni ishlab chiqishda qo’llaniladigan protseduralar va uni keyingi ta’irlash uchun mo’ljallangan protseduralar ISO/IEC Direktivasining 1-qismida tasvirlangan. Xususan, har xil turdagi ISO hujjatlari 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)

Ushbu hujjatning ayrim elementlari patent huquqlarining predmeti bo’lishi mumkinligiga e’tibor qaratiladi. ISO patent huquqlarining birortasini yoki barchasini aniqlash uchun javobgar emas. Hujjatni ishlab chiqish jarayonida aniqlangan har qanday patent huquqlarining tafsilotlari Kirishda va/yoki olingan patent deklaratsiyalarining ISO ro’yxatida bo’ladi (www.iso.org/patents ga qarang:).

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

Standartlarning ixtiyoriyligi, muvofiqlikni baholash bilan bog’liq ISO maxsus atamalari va iboralarining ma’nosi, shuningdek, ISOning Jahon Savdo Tashkilotining (JST) Savdodagi Texnik To’siqlar (TBT) tamoyillariga sodiqligi to’g’risida ma’lumot olish uchun qarang. quyidagi URL: www.iso.org/iso/foreword.html.

U J. Soc nashrida chop etilgan IUC 8 ga asoslangan. Teri texnologiyasi. Chem., 49, p. 17, 1965 yil va 1965 yilda IULTCSning rasmiy usulini e’lon qildi.

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 ikkinchi nashr texnik jihatdan quyidagi tarzda qayta ko’rib chiqilgan birinchi nashrni (ISO 5398-:2007) bekor qiladi va almashtiradi:

- ayrim tahririy tuzatishlar;
- 5-band terini maydalashdan ko’ra namunani tayyorlash uchun ISO 4044 ga tegishli;
- ilgari 8.2.1-bandda ko’rsatilgan mos AAS uskunasi tavsifi yangi ma’lumot beruvchi B ilovasiga ko’chirildi.

ISO 5398 seriyasidagi barcha qismlar ro’yxatini ISO veb-saytida topish mumkin.

Kirish

ISO 5398 seriyasi to‘rt qismdan iborat bo‘lib, ularning har biri teridagi xrom oksidi miqdorini aniqlash uchun mos usullarni tavsiflaydi. Sinov laboratoriyalari uchun mavjud bo‘lgan sezgir analitik uskunalar bilan solishtirganda sanoat amaliyotidagi o‘zgarishlarni aks ettirish uchun turli xil texnikalar tavsiflangan. Xrom oksidi diapazonida ham o‘zgarishlar mavjud bo‘lib, ular miqdorini aniqlash uchun mos deb hisoblanadi.

Ushbu hujjat ISO 5398-1 va ISO 5398-2 da tavsiflanganidan ko‘ra xromni aniqroq aniqlash uchun mos bo‘lgan texnikani tavsiflaydi. Bu murakkab analitik uskunalaridan, masalan, atomik yutilish spektroskopiyasidan foydalanishni talab qiladi.

Teri - xrom oksidi tarkibini kimyoviy aniqlash - 3-qism: Atom-absorbsion spektrometriya yordamida miqdorni aniqlash**Кожа — Химическое определение содержания оксида хрома —
Часть 3: Количественное определение методом атомно-абсорбционной
спектromетрии****Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 3:
Quantification by atomic absorption spectrometry**

Amalga kiritish sanasi 15.09.2024 y.

1 Qo‘llash doirasi

Ushbu hujjat teridan olingan suvli eritmada xromni aniqlash usulini tavsiflaydi. Bu teridagi umumiy xrom uchun tahlil; u oksidlanish darajasiga xos birikma yoki xos emas.

Ushbu usul xromni atomik yutilish spektrometriyasi yordamida aniqlashni tavsiflaydi va xrom oksidi miqdori 5 mg/kg dan ortiq bo‘lishi kutilayotgan terilarga qo‘llaniladi. Tahlil qilinadigan eritmani tayyorlashning ikkita texnikasi kiritilgan. Bahslar yuzaga kelganda, nam oksidlanish texnikasidan foydalanish kerak.

2 Standartlarga havolalar

Quyidagi hujjatlar matnda shunday atalganki, ularning bir qismi yoki barcha mazmuni ushbu hujjat talablarini tashkil qiladi. Sana ko‘rsatilgan havolalar uchun faqat keltirilgan nashr amal qiladi. Sana ko‘rsatilmagan havolalar uchun havola qilingan hujjatning so‘nggi nashri (shu jumladan har qanday tuzatishlar) qo‘llaniladi.

ISO 2418 Teri - Kimyoviy, fizik-mexanik va chidamlilik sinovlari - Namuna olish joyi

ISO 3696 Analitik laboratoriyada foydalanish uchun suv - Spetsifikatsiya va sinov usullari

ISO 4044 Teri - Kimyoviy sinovlar - Kimyoviy sinov namunalarini tayyorlash

ISO 4684, Teri - Kimyoviy sinovlar - Uchuvchi moddalarni aniqlash

TS EN 14602 Poyafzal - Ekologik mezonlarni baholash uchun sinov usullari

3 Atamalar va ta’riflar

Ushbu hujjatning maqsadlari uchun quyidagi atamalar va ta’riflar qo‘llaniladi.

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

- ISO Onlayn ko‘rish platformasi: <https://www.iso.org/obp> saytida mavjud

- IEC Electropedia: <http://www.electropedia.org/> saytida mavjud

3.1**xrom oksidi tarkibi**

teridagi xrom miqdori, bu usul bilan aniqlanadi va xrom oksidi sifatida xabar qilinadi.

Kirish uchun 1-eslatma: Xrom oksidi tarkibi quruq moddadan kelib chiqqan holda kilogramm boshiga milligramda (mg/kg) ifodalanadi.

4 Prinsip

Teri tarkibida mavjud bo'lgan xrom olti valentli holatda eriydi, so'ngra eritma atomik yutilish spektrometri yordamida tahlil qilinadi.

5 Namuna olish va namuna tayyorlash

ISO 2418 ga muvofiq namuna oling va terini ISO 4044 ga muvofiq tayyorlang. Agar ISO 2418 ga muvofiq namuna olish imkoni bo'lmasa (poyabzal yoki kiyim-kechak kabi tayyor mahsulotlardan terida bo'lgani kabi), namuna olish to'g'risidagi ma'lumotlar sinov hisoboti bilan birga ko'rsatilishi kerak.

Tayyorlangan teridan 2 g 0,001 g aniqlikda torting. Har bir teri namunasidan kamida ikkita aniqlash kerak.

6 Reaktivlar

Agar boshqacha ko'rsatilmagan bo'lsa, faqat analitik darajadagi kimyoviy moddalardan foydalanish kerak. Suv ISO 3696 ga muvofiq 3-darajali bo'lishi kerak. Barcha eritmalar suvli eritmalaridir.

6.1 Nam oksidlanish usuli uchun reagentlar

6.1.1 Azot kislotasi, 70%

6.1.2 Konsentrlangan sulfat kislota (98%) va perklorik kislota (60% dan 70% gacha) 1:3 hajmda aralashtiriladi.

6.1.2 Konsentrlangan sulfat kislota (98%) va perklorik kislota (60% dan 70% gacha) 1:3 hajmda aralashtiriladi.

6.2 Atom yutilish spektrometriyasi uchun reagentlar

6.2.1 Kaliy dixromat ($K_2Cr_2O_7$), $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ da 16 soat ± 2 soat davomida quritilgan.

Xavfsizlik nuqtai nazaridan, allaqachon tayyorlangan sertifikatlangan tijorat yechimidan foydalanish tavsiya etiladi. (Uchun konsentratsiya 6.2.3 ga qarang.)

6.2.2 Kaliy xlorid (KCl).

6.2.3 Standart bixromat eritmasi: 2829 g kaliy dixromat (6.2.1) o'lchov kolbasida suvda eritiladi va suv bilan 1000 ml ga yetkaziladi. 1 ml bu eritmada 1 mg xrom mavjud.

Izoh Ushbu yechim savdo sifatida mavjud.

6.2.4 Kaliy xlorid eritmasi: 2 g kaliy xlorid (6.2.2) 1 l distillangan suvda eritiladi. Tayyorlangan har bir litrga 1 ml nitrat kislota (6.1.1) qo'shing.

7 Qurilma

Odatiy laboratoriya apparati talab qilinadi va xususan quyidagilar.

7.1 Konussimon kolba, 500 ml, maydalangan shisha tiqin bilan.

7.2 Tegishli ichi bo'sh katodli chiroq va azot oksidi burner boshi yoki yuqori qattiq azot oksidi boshi bo'lgan atom yutilish spektrofotometri.

7.3 Shisha tolali (GFC) yoki membrana tipidagi filtrlardan foydalangan holda filtrlash moslamasi.

7.4 To'qnashuvga qarshi granulalar yoki shunga o'xshashlar (ho'l oksidlanish usuli).

8 Usullar

8.1 Analitik eritma tayyorlash

8.1.1 Nam oksidlanish usuli

OGOHLANTIRISH - Perklorik kislota teri bilan portlovchi reaksiyasi mumkinligi sababli, birinchi navbatda nitrat kislota qo'shilishi shart.

Konussimon kolbaga (7.1) charm massasini aniq torting (5-bandga qarang). 10 ml nitrat kislota qo'shing (6.1.1) va 2 daqiqaga qoldiring. 15 ml aralash sulfat/perklorik kislotalar (6.1.2) va bir nechta zarbaga qarshi granulalar (7.4) qo'shing. Kolbaning bo'yniga voronka yoki chayqaladigan lampochka qo'ying va o'rtacha olovda simli doka ustiga qaynaguncha qizdiring. Reaksiya aralashmasi to'q sariq rangga aylana boshlagach, olovni pasaytiring. Rangni to'liq o'zgartirgandan so'ng, kamida 2 daqiqa davomida sekin qizdiring. 5 daqiqa davomida havoda sovib turing va taxminan 200 ml ga suyultiring. Xlorni yo'qotish uchun 10 daqiqa qaynatib oling.

Sulfat/perklorik kislota aralashmasidan foydalanish alohida kislotalardan foydalanish afzalroqdir, chunki u faqat perklorik kislotalarning tasodifiy ishlatilishini oldini oladi.

To'liq bo'lmagan oksidlanish holatida (ya'ni, eritma to'q sariq rangga o'zgarmasa), namunaga qo'shimcha aralash sulfat/perklorik kislota qo'shishga ruxsat beriladi.

8.1.2 Mikroto'liqlik pechda hazm qilish usuli

Tahlil qilish uchun namunani mikroto'liqlik pechda hazm qilish (MAD) qo'llash orqali ham tayyorlash mumkin. EN 14602da tavsiflangan protseduraga rioya qilish kerak.

8.2 Suvli eritmani o'lchash

8.2.1 Umumiy

Asbobning barcha parametrlarini sozlash uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga rioya qilib, atomik yutilish spektrofotometrini (7.2) tayyorlang.

8.2.2 Kalibrlash grafigini tayyorlash

10 ml standart bixromat eritmasidan (6.2.3) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga pipetka bilan solib, distillangan suv bilan hajmini oshirib, standart eritmalar tayyorlang. Ushbu eritmaning 2,0 ml, 4,0 ml, 6,0 ml va 8,0 ml alikvotlaridan pipetka bilan 100 ml hajmli o'lchov kolbalariga soling va kaliy xlorid eritmasi (6.2.4) bilan hajmgacha to'ldiring. Bu eritmalarida mos ravishda 2,0 µg/ml, 4,0 µg/ml, 6,0 µg/ml va 8,0 mkg/ml xrom mavjud.

Standart eritmalarini aspiratsiya qiling va standart kalibrlash egri chizig'ini tayyorlang. Agar xohlasangiz, bu kalibrlash spektrofotometr xotirasida saqlanishi mumkin.

8.2.3 Sinov eritmasini tahlil qilish

8.1 dan olingan analitik eritmaning tarkibini 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkazing va kaliy xlorid eritmasi (6.2.4) bilan hajmgacha to'ldiring, yaxshilab aralashtiring.

Bu eritma 7,5 µg/ml dan ortiq xrom bo'lmasa, filtrlashdan so'ng (7.3) to'g'ridan-to'g'ri tahlil qilish mumkin. Aks holda, eritma mos ravishda suyultirilishi kerak.

Tekshiriluvchi eritmani aspiratsiya qiling va olingan absorbansni aniqlang. Standart kalibrlash egri chizig'idan foydalanib, eritmadagi xrom konsentratsiyasini hisoblang. E'tibor bering, agar kalibrlash spektrofotometr xotirasida saqlanib qolsa, u holda o'qish to'g'ridan-to'g'ri konsentratsiya bo'yicha berilishi mumkin.

Agar absorbans kalibrlash standartlari doirasidan tashqarida bo'lsa, tahlilni kichikroq namuna o'lchamidan foydalangan holda yoki 8.1.1 yoki 8.1.2 dan olingan eritmaning tegishli suyultirilishi bilan takrorlash kerak.

9 Natijalarni hisoblash va ifodalash

Teri tarkibidagi xrom oksidi miqdorini, w_{Cr} ni milligramm kilogrammda (mg/kg) quyidagi tenglamadan foydalanib hisoblang:

$$w_{Cr} = \frac{\rho \times 1,462 \times V \times F}{m_0}$$

Bu yerda

ρ - 8.2.3-bandda aniqlangan xrom konsentratsiyasi, mililitrda mikrogrammda (µg/ml);

V - umumiy hajm, mililitrda (ml) (qo'shimcha suyultirish kerak bo'lmasa, $V = 250$ ml);

m_0 - terining asl massasi, gramm (g);

1,462 - Cr ni Cr_2O_3 ga aylantirish uchun tuzatish koeffitsienti;

F - 0% uchuvchi moddaga tuzatish koeffitsienti; u quyidagicha hisoblanadi:

$$F = \frac{100}{100 - w_w}$$

Bu yerda

w_w - ISO 4684 ga muvofiq uchuvchi moddalar tarkibi (A ilovasiga qarang), massa bo'yicha foizda.

Agar kerak bo'lsa, namunaning quruq, yog'sizlangan massasiga qarab natijalarni ko'rsatishga ruxsat beriladi.

10 Sinov hisoboti

Sinov hisobotida quyidagilar bo'lishi kerak:

- a) ushbu hujjatga havola (masalan, ISO 5398-3);
- b) teri tavsifi;
- c) namunani tayyorlash, hazm qilish turi va o'lchash uchun qo'llaniladigan usulga havola;
- d) teri tarkibidagi uchuvchi moddalar miqdori, foizda;
- e) olingan natijalar, kilogramm boshiga milligramda (mg/kg);
- f) tavsiflangan protseduralardan har qanday og'ishlar tafsilotlari.

A ilova
(ma'lumot)

Suv va boshqa uchuvchi moddalarni aniqlash

Teri tarkibidagi uchuvchi moddalar ISO 4684 ga muvofiq aniqlanadi. Teri tarkibidagi uchuvchi moddalar miqdori xromni aniqlash uchun tayyorlangan maydalangan teri namunasidan aniqlanadi. Ho'l terilar ISO 4684 ga muvofiq uchuvchi moddalar miqdorini aniqlashdan oldin quritiladi. Dastlabki quritish paytida massa yo'qolishi, ISO 4684 ga muvofiq quritishdan keyin massa yo'qotilishiga qo'shiladi.

B ilova
(ma'lumot)

Tegishli atomik absorbsion spektrometriya (AAS) uskunalari

Tegishli AAS uskunasi misol quyida keltirilgan. Asbobning barcha parametrlarini sozlash uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga rioya qilib, atomik yutilish spektrofotometrini (7.2) tayyorlang.

Agar sozlama ishlab chiqaruvchi tomonidan tavsiya etilgani ko'rsatilgan bo'lsa, ishlatiladigan sozlamalar ishlab chiqaruvchi tomonidan xrom uchun tavsiflangan bo'lishi kerak.

Chiroq oqimi	ishlab chiqaruvchi tomonidan tavsiya etilganidek
Yoriq kengligi/tarmoqli o'tish	0,5 nm
To'lqin uzunligi	357,9 nm
Olovli bosh	balandligi 10 mm dan 20 mm gacha bo'lgan qizil konusni berish uchun bitta teshikli azot oksidi yoki yuqori qattiq azot oksidi
Yoqilg'i oqimi	ishlab chiqaruvchi tomonidan tavsiya etilganidek
Oksidlanish oqimi	ishlab chiqaruvchi tomonidan tavsiya etilganidek
Fotoko'paytiruvchi kuchlanish	Optimal signal/shovqin nisbatini berish uchun kerak bo'lganda

Spektrometrik o'lchovlarni amalga oshirishdan oldin, spektrofotometrni ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga muvofiq 4,0 µg/ml kalibrlash eritmasini aspiratsiya qilish orqali o'rnatish. Aspiratsiyani optimallashtirish va olov sharoitlari (aspiratsiya tezligi, olovning tabiati, olovdagi optik nurning pozitsiyalari).

Distillangan suvni aspiratsiya qiling va barqaror nol (asosiy) ko'rsatkichni berish uchun boshqaruv elementlarini sozlang.

