

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

Teri. Teri tarkibidagi xrom (VI) miqdorini kimyoviy aniqlash. 1-Qism. Kolorimetrik usul

(ISO 17075-1:2017, 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 12 - avgustdagi 45/XSt-son buyrug‘i bilan TASDIQLANDI.

3 Ushbu standart ISO 17075-1:2017 “Leather. Chemical determination of Chromium(VI) content in leather. Part 1. Colorimetric method” 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

## Kirish

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 Direktivasining 1-qismida tasvirlangan. Xususan, har xil turdagi ISO standartlari uchun zarur bo'lgan turli tasdiqlash mezonlariga e'tibor qaratish lozim. Ushbu standart ISO/IEC direktivalarining 2-qismining tahrir qoidalariga muvofiq ishlab chiqilgan ([www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives) qarang).

Ushbu standartning ayrim elementlari patent huquqlarining predmeti bo'lishi mumkinligiga e'tibor qaratiladi. ISO patent huquqlarining birortasini yoki barchasini aniqlash uchun javobgar emas. Standartni ishlab chiqish jarayonida aniqlangan har qanday patent huquqlarining tafsilotlari Kirish qismida va/yoki olingan patent deklaratsiyalarining ISO ro'yxatida bo'ladi ([www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents) qarang).

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

Muvofiqlikni baholash bilan bog'liq ISO maxsus atama va iboralarining ma'nosini tushuntirish, shuningdek, ISOning Jahon Savdo Tashkilotining (JST) savdodagi texnik to'siqlar (TBT) tamoyillariga muvofiqligi haqidagi ma'lumot uchun quyidagi URL manziliga qarang: [www.iso.org/iso/so'zboshi.html](http://www.iso.org/iso/so'zboshi.html)

ISO 17075-1 Xalqaro charm texnologlari va kimyogarlari ittifoqining Kimyoviy sinov komissiyasi (IUC komissiyasi, IULTCS) tomonidan Yevropa standartlashtirish qo'mitasining (CEN) CEN/TC 289 texnik qo'mitasi bilan hamkorlikda tayyorlangan bo'lib, uning tarkibiga UNI kiradi. ISO va CEN o'rtasidagi texnik hamkorlik to'g'risidagi bitimga (Vena kelishuvi) muvofiq kotibiyat.

IULTCS, dastlab 1897 yilda tashkil etilgan bo'lib, charm sanoatida ilm-fan va texnologiya taraqqiyotini rag'batlantirish uchun professional charm jamiyatlarining butun dunyo bo'ylab tashkilotidir. IULTCSda teri namunalarini olish va sinovdan o'tkazish uchun xalqaro usullarni o'rnatish uchun mas'ul bo'lgan uchta komissiya mavjud. ISO IULTCSni teri sinov usullarini tayyorlash bo'yicha xalqaro standartlashtirish organi sifatida tan oladi.

ISO 17075-1 ning ushbu birinchi nashri ISO 17075-2 bilan birgalikda texnik jihatdan qayta ko'rib chiqilgan ISO 17075:2007 ni bekor qiladi va almashtiradi.

ISO 17075:2007 bilan solishtirganda asosiy o'zgarishlar quyidagilar:

- namuna tayyorlash qayta ko'rib chiqildi;
- 7.1, 7.2 va 7.3-bandlardagi mexanik chayqalishlar qayta ko'rib chiqilgan.

ISO 17075 seriyasining barcha qismlari ro'yxatini ISO veb-saytida topish mumkin.

Ushbu standartni talqin qilish yoki qo'llashda tushunmovchiliklar yuzaga kelganda standartning asli yozilgan tillarining biridan foydalanish tavsiya etiladi.

---

**O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI**

**Teri. Teri tarkibidagi xrom (VI) miqdorini kimyoviy aniqlash. 1-Qism.  
Kolorimetrik usul**

**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**

Amalga kiritish sanasi 12.10.2024

**1 Qo'llanish doirasi**

Ushbu standart belgilangan sharoitlarda teridan yuvilgan eritmalarda xrom (VI) ni aniqlash usulini belgilaydi. Ta'riflangan usul teridagi xrom (VI) miqdorini 3 mg/kg gacha aniqlash uchun javob beradi.

Ushbu standart barcha teri turlariga tegishli.

Ushbu usuldan olingan natijalar qat'iy ravishda ekstraksiya shartlariga bog'liq. Boshqa ekstraksiya protseduralaridan foydalangan holda olingan natijalar (ekstraksiya eritmasi, pH, ekstraksiya vaqti va boshqalar) ushbu standartda tasvirlangan protsedura natijasida olingan natijalar bilan taqqoslanmaydi.

Agar charm namunasi ushbu standart va ISO 17075-2 bilan sinovdan o'tkazilsa, ISO 17075-2 bilan olingan natijalar mos yozuvlar sifatida qabul qilinadi. ISO 17075-2 da tavsiflangan usulning afzalligi shundaki, ekstrakt rangidan hech qanday shovqin yo'q. Shunga qaramay, laboratoriyalararo sinovlar sezilarli farqlarni ko'rsatmaydi (C ilovaga qarang) va natijalar ikkala usul o'rtasida solishtirish mumkin.

**2 Standartlarga havolalar**

Quyidagi standart ushbu matndagi havolalar orqali ushbu standart qoidalarini tashkil etuvchi qoidalarni o'z ichiga oladi. Sanasi ko'rsatilgan havolalar uchun faqat keltirilgan nashr qo'llaniladi. Sanasi ko'rsatilmagan havolalar uchun havolali standartning so'nggi nashri (shu jumladan har qanday o'zgartirishlar) qo'llaniladi.

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

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

ISO 4044:2017 Teri. Kimyoviy sinovlar. Kimyoviy sinov namunalarini tayyorlash (Leather. Chemical tests. Preparation of chemical test samples)

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

### 3 Atamalar va ta'riflar

Ushbu standartning 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: <http://www.iso.org/obp> mavjud
- IEC Electropedia: <http://www.electropedia.org/> saytida mavjud.

#### 3.1 xrom (VI) miqdori

pH 7,0 dan 8,0 gacha bo'lgan suvli tuz eritmasi bilan ekstraksiya dan so'ng aniqlangan teridagi xrom (VI) miqdori

Izoh - Xrom (VI) tarkibi namunaning quruq massasi sifatida ifodalangan kilogramm uchun milligramda (mg/kg) xrom (VI) sifatida ko'rsatilgan.

### 4 Tamoyil

Ekstraksiya qilinadigan xrom (VI) fosfat tamponida pH 7,0 dan 8,0 gacha bo'lgan namunadan yuviladi va aniqlashga ta'sir qiluvchi birgalikda ekstraksiya qilingan rangli moddalar, agar kerak bo'lsa, qattiq fazali ekstraksiya orqali chiqariladi. Eritmadagi xrom (VI) 1,5-difenilkarbazidni 1,5-difenilkarbazongacha oksidlaydi va xrom bilan qizil/binafsha rangli kompleks hosil qiladi, uni 540 nm da fotometrik tarzda aniqlash mumkin.

### 5 Kimyoviy moddalar

Amaldagi barcha reagentlar kamida analitik darajadagi tozalikka ega bo'lishi kerak.

#### 5.1 Ekstraksiya eritmasi

22,8 g dikaliy gidrogenfosfat  $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$  ni fosfor kislotasi (5,3) bilan pH  $8,0 \pm 0,1$  ga sozlangan 1000 ml suvda eritib yuboring. Ushbu eritmani argon yoki azot (5.6) yoki ultratovushli vanna bilan gabsizlang.

Standart amaliyot har kuni yangi eritma yaratishdir. Shu bilan birga, eritma muzlatgichda ( $4 \pm 3$ ) °C haroratda bir haftagacha saqlanishi mumkin, lekin ishlatishdan oldin uni xona haroratiga qizdirish va gazdan tozalash kerak.

#### 5.2 Difenilkarbazid (DPC) eritmasi

1,0 g 1,5-difenilkarbazid,  $CO(NHNHC_6H_5)_2$ , 100 ml atseton,  $(CH_3)_2CO$  da eritiladi va bir tomchi muzli sirka kislotasi  $CH_3COOH$  bilan kislotalanadi.

Eritma jigarrang shisha idishda saqlanishi kerak. Yaroqlilik muddati 4 °C da 14 kungacha.

#### 5.3 Fosfor kislota eritmasi

700 ml o-fosfor kislotasi,  $r = 1,71$  g/ml, deionlangan suv bilan 1000 ml gacha suyultiriladi (5.7).

Avval taxminan 200 ml deionizatsiyalangan suv qo'shing (5.7) 1000 ml hajmli o'lchov kolbasiga soling, so'ng 700 ml o-fosfor kislotasini qo'shing va deionlangan suv bilan belgigacha suyultiring.

#### 5.4 Xrom (VI) boshlang'ich eritmasi

2,829 g kaliy bixromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) (5,8) o'lchov kolbasida suvda eritiladi va suv bilan 1000 ml ga yetkaziladi. Ushbu eritmaning bir mililitrida 1 mg xrom mavjud.

Olti valentli xromning ushbu konsentratsiyasi darajasidagi stok eritmasi tijoratda mavjud bo'lgan muqobildir.

### **5.5 Xrom (VI) standart eritmasi**

Pipetka 1 ml eritma (5.4) 1000 ml o'lchov kolbasiga soling va ekstraksiya eritmasi bilan belgigacha to'ldiring (5.1). Ushbu eritmaning bir mililitrida 1  $\mu\text{g}$  xrom mavjud.

Eritmani muzlatgichda ( $4 \pm 3$ )  $^{\circ}\text{C}$  haroratda bir haftagacha saqlash mumkin, lekin ishlatishdan oldin uni xona haroratiga qadar qizdirish kerak.

Olti valentli xromning ushbu konsentratsiyasi darajasidagi zaxira eritmasi tijoratda mavjud bo'lgan muqobildir.

### **5.6 Argon yoki azot, kislorodsiz**

Azot o'rniga inert gaz sifatida argonga ustunlik berish kerak, chunki argon havodan yuqori o'ziga xos massaga ega.

5.7 **Distillangan yoki deionizatsiyalangan suv**, ISO 3696 ga muvofiq 3-darajali sifat.

5.8 **Kaliy dixromati** ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), ( $102 \pm 2$ )  $^{\circ}\text{C}$  da ( $16 \pm 2$ ) h davomida quritilgan.

5.9 **Metanol**, HPLC darajasi.

## **6 Uskunalar va materiallar**

Odatiy laboratoriya uskunolari va, xususan, quyidagilar.

6.1 Tegishli mexanik orbital shaker, ( $100 \pm 10$ )  $\text{min}^{-1}$ .

6.2 Konussimon kolba, sig'imi 250 ml, tiqinli.

6.3 Shamollatish trubkasi va ( $50 \pm 10$ ) ml / min oqim tezligiga mos keladigan oqim o'lchagich.

6.4 Membran filtri, 0,45  $\mu\text{m}$  teshik hajmi [politetrafloroetilen (PTFE) yoki poliamid 66].

6.5 Sig'imi 25 ml, 100 ml va 1 000 ml bo'lgan volumetrik kolbalar.

6.6 Pipetkalar, turli nominal hajmlar.

6.7 Spektrofotometr yoki filtr fotometri, to'lqin uzunligi 540 nm.

6.8 Fotometrik hujayra, kvarts, 40 mm uzunlik yoki boshqa mos keladigan hujayra uzunligi.

6.9 Shishayoki tegishli qattiq fazali ekstraksiya (SPE) moddasi bilan to'ldirilgan polipropilen lentalar, masalan, teskari faza (RP) C18 yoki mos faollashtirilgan magniy silikat, qarang. A ilova SPE materiallariga misollar uchun.

6.10 Qattiq fazali ekstraksiya (SPE) tizimi, vakuum qurilmasi yoki erituvchiga chidamli tibbiy shprits bilan.

6.11 O'tkir kesish asbobi yoki pichoq, terini 3 mm dan 5 mm gacha bo'laklarga kesish uchun mos keladi.

6.12 Analitik tarozi, eng aniq 0,1 mg gacha tortish qobiliyatiga ega.

## **7 Tarti-taomil**

### **7.1 Namuna olish va namunalar tayyorlash**

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), namuna olish haqida batafsil ma'lumot sinov bayonnomasida ko'rsatilishi kerak.

ISO 4044:2017, 6.3 da ko'rsatilgan usul bo'yicha (6.11) kichik bo'laklarga kesish orqali teri namunasi tayyorlanadi.

## **7.2 Analitik eritma tayyorlash**

Taxminan  $(2 \pm 0,1)$  g teri bo'laklarini 0,001 g aniqlikda torting. 250 ml hajmdagi konussimon kolbaga (6.2) 100 ml gazsizlangan eritmadan (5.1) pipetka yordamida soling. Kislorodsiz argonni (yoki azotni) (5.6) kolbaga 5 minut davomida  $(50 \pm 10)$  ml/min hajmli oqim bilan o'tkazib, kislorodni almashtiring. Shamollatish trubkasini (6.3) olib tashlang, teri bo'laklarini qo'shing va kolbani tiqin bilan yoping. Chiqarish hajmini  $V_0$  sifatida yozib oling.

Konussimon kolbani teri bo'laklari bilan  $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$  davomida mexanik orbital silkitgichda (6.1) da  $(100 \pm 10)$  min<sup>-1</sup>xrom (VI) ni olish uchun silkiting.

Teri bo'laklari kolba devoriga yopishib qolmasligi va belgilanganidan tezroq silkitmasligi uchun kolbani silliq dumaloq harakatda silkiting.

3 soatlik ekstraktsiya tugagandan so'ng darhol konussimon kolba tarkibini membranali filtr orqali qopqoqli shisha yoki plastik idishga filtrlang. Eritmaning pH qiymatini tekshiring. Eritmaning pH qiymati 7,0 dan 8,0 gacha bo'lishi kerak. Agar eritmaning pH qiymati bu oraliqda bo'lmasa, to'liq protsedurani qaytadan boshlang.

Agar pH 7,0 dan 8,0 gacha bo'lmasa, kichikroq namuna massasidan foydalanishni o'ylab ko'ring. Bunday holda, miqdor chegarasi oshiriladi.

## **7.3 Ekstraksiya jarayonidan olingan eritmadagi xrom(VI) ni aniqlash**

Agar teri namunasi rangli bo'lsa, ba'zi rangli moddalar, masalan, bo'yoqlar birgalikda ekstraktsiya qilingan bo'lishi mumkin. Bular xrom (VI) ni aniqlashga ta'sir qilishi mumkin. Ekstraksiya eritmasini (7.2) tegishli qattiq fazali ekstraktsiya materiali (6.9) o'z ichiga olgan kartrij orqali ekstraktsiya qilingan bo'yoqlarni olib tashlash mumkin, misollar uchun A ilovasiga qarang.

SPE kartridjlari oldindan ishlov berish (6.9) quyidagi tarzda:

- a) kartrijni avval 5 ml metanol bilan (5.9),
- b) keyin 5 ml distillangan suv bilan (5.7) va
- c) to'g'ridan-to'g'ri 10 ml ekstraktsiya eritmasi bilan (5.1) yuving (6.9).

Oldindan ishlov berish paytida yoki undan keyin kartridjlarni (6.9) quritmang.

7.2 da olingan eritmadan 10 ml ( $V_1$ ) oling va uni vakuum qurilmasi yoki shprits (6.10) bilan SPE tizimidagi kartrij (6.9) orqali miqdoriy o'tkazing. Eluatni 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga yig'ing (6.5). 25 ml hajmdagi kolbaga 10 ml ekstraktsiya eritmasi (5.1) bilan kartrijni yuving. Kolbani hajmgacha ( $V_2$ ) ekstraktsiya eritmasi (5.1) bilan to'ldiring. Ushbu yechimni  $S_1$  deb belgilang.

Pipetka (6.6) 10 ml ( $V_3$ ) eritma  $S_1$  25 ml hajmli o'lchov kolbasiga soling. Ekstraksiya eritmasi bilan eritmani kolba hajmining  $3/4$  qismigacha suyultiring (5.1). 0,5 ml fosfor kislotasi eritmasi qo'shing (5.3) va keyin 0,5 ml difenilkarbazid eritmasi (5.2). Kolbani hajmgacha to'ldiring ( $V_4$ ) ekstraktsiya eritmasi bilan (5.1) va yaxshilab aralashtiring.

Kamida  $15 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$  turing. 40 mm katakda 540 nm da eritmaning absorbansini o'lchang (6.8) bo'sh eritmaga qarshi (7.4). Olingan absorbansni  $A_1$  shaklida yozing.

Har bir yugurish uchun  $S_1$  eritmasidan yana 10 ml alikvot pipetka bilan 25 ml hajmli o'lchov kolbasiga soling va uni yuqorida ko'rsatilgandek, lekin difenilkarbazid eritmasi (5.2)

qo'shmasdan ishlov bering. Bu eritmaning yutish qobiliyatini avvalgidek o'lchab, A<sub>2</sub> shaklida yozib oling.

#### **7.4 Bo'sh eritma**

25 ml hajmli o'lchov kolbasini to'rtidan uch qismini ekstraktsiya eritmasi bilan to'ldiring (5.1), 0,5 ml fosforik kislota qo'shing (5.3) va 0,5 ml difenilkarbazid eritmasi (5.2) va ekstraktsiya eritmasi bilan belgigacha to'ldiring (5.1) va yaxshilab aralashtiring. Ushbu eritmani har kuni tayyorlang va qorong'i joyda saqlang. Qattiq fazali ekstraktsiya ni hisobga olmaganda, bo'sh eritmani analitik eritma bilan bir xil tarzda ishlang.

#### **7.5 Kalibrlash**

Standart eritmadan kalibrlash eritmalarini tayyorlang (5.5). Ushbu eritmalardagi xrom konsentratsiyasi kutilgan o'lchov oralig'ini qoplashi kerak.

Kalibrlash eritmalarini 25 ml hajmli o'lchov kolbalarida tayyorlang (6.5).

0,5 ml dan 15 ml standart eritma oralig'ida kamida oltita standartdan foydalangan holda mos kalibrlash egri chizig'ini tuzing (5.5). Berilgan hajmdagi standart eritmani pipetka bilan o'tkazing (5.5) 25 ml hajmli o'lchov kolbalariga solinadi. 0,5 ml fosfor kislotasi (5.3) va 0,5 ml difenilkarbazid eritmasi (5.2) har bir kolbaga qo'shing. Ekstraktsiya eritmasi bilan hajmgacha oshiring (5.1), yaxshilab aralashtiramiz va  $(15 \pm 5)$  min ga qoldiring. 7.4-bandda olingan blankaga nisbatan 540 nm da namunalar kabi bir xil fotometrik hujayradagi (6.8) eritmalarining absorbsiyasini o'lchang.

Xrom (VI) konsentratsiyasini mikrogramda millilitrda (mkg/ml) o'lchagan absorbansga nisbatan chizing. X o'qi bo'yicha xrom (VI) konsentratsiyasini va y o'qi bo'yicha absorbansni chizing.

Laboratoriyalararo sinovlarda 40 mm hujayra (6.8) eng mos ekanligini isbotladi. Yuqorida tavsiflangan standart echimlar 40 mm hujayra yordamida tahlil qilish uchun mo'ljallangan. Biroq, ba'zi hollarda, yuqori yoki pastroq hujayra yo'li uzunligidan foydalanish mos bo'lishi mumkin. Amaldagi kalibrlash diapazoni spektrofotometrning chiziqli o'lchash diapazonida bo'lishini ta'minlash uchun ehtiyot bo'lish kerak.

#### **7.6 Qayta tiklash tezligini aniqlash**

##### **7.6.1 Matritsaning ta'siri**

Qayta tiklash tezligini aniqlash natijalarga ta'sir qilishi mumkin bo'lgan matritsa effektlari haqida ma'lumot berish uchun muhimdir.

Xrom konsentratsiyasini 10 mg/kg gacha oshirish uchun 7.2 da olingan eritmaning 10 ml alikvotini mos hajmdagi xrom (VI) eritmasi bilan seping. Spikerli eritmaning konsentratsiyasini shunday tanlangki, shpikli eritmaning yakuniy hajmi maksimal 11 ml ni tashkil qiladi. Ushbu eritmani namunadagi kabi ishlang (absorbsiyani A<sub>1s</sub> va A<sub>2s</sub> sifatida yozib oling). (7.3 ga qarang.)

Eritmaning absorbsiyasi kalibrlash egri chizig'i oralig'ida bo'lishi kerak, aks holda protsedurani kichikroq alikvot yordamida takrorlang. Qayta tiklash darajasi 80 % dan yuqori bo'lishi kerak.

##### **Izohlar**

1 Agar qo'shilgan xrom (VI) aniqlanmasa, bu terida qaytaruvchi moddalar mavjudligidan dalolat beradi. Ba'zi hollarda, agar 7.6.2-bandga muvofiq tiklanish darajasi 90 % dan ortiq bo'lsa va intensiv mulohazalar natijasida bu terida xrom (VI) miqdori yo'q (aniqlash chegarasidan past) degan xulosaga keladi.



2 Qayta tiklash darajasi protseduraning ishlashi yoki matritsa effektlari natijalarga ta'sir qilishining ko'rsatkichidir. Odatda, tiklanish darajasi 80 % dan yuqori.

### 7.6.2 SPE materialining ta'siri (6.9)

Teri tarkibidagi xrom (VI) ga mos keladigan eritma hajmini (5.5) 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga pipetka bilan soling va ekstraksiya eritmasi (5.1) bilan hajmgacha to'ldiring.

Ushbu eritmani teri ekstrakti bilan bir xil tarzda ishlov bering. Ushbu eritmadagi tarkibni xuddi teri ekstrakti bilan bir xil tarzda aniqlang va hisoblangan tarkib bilan solishtiring. Teri namunasida xrom (VI) aniqlanmagan hollarda, eritmaning konsentratsiyasi 6 µg/100 ml bo'lishi kerak. Qayta tiklash darajasi 90% dan yuqori bo'lishi kerak. Qayta tiklash darajasi 90 % ga teng yoki undan past bo'lsa, SPE moddasi ushbu protsedura uchun mos emas va almashtirilishi kerak.

## 8 Natijalarni hisoblash va ifodalash

### 8.1 Xrom (VI) tarkibini hisoblash

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

bu yerda

$w_{Cr(VI)}$  - teridan olinadigan xrom-um(VI) ning har bir kilogramm (mg/kg) milligramlarda ifodalangan massa ulushi;

$A_1$  - namuna eritmasining DPC bilan absorbsiyasi;

$A_2$  - DPCsiz namuna eritmasining absorbsiyasi;

$F$  - kalibrlash egri chizig'ining gradienti (y/x), har bir mikrogram (ml/µg) millilitrda ifodalangan;

$m$  - olingan teri namunasining gramm (g) bilan ifodalangan massasi;

$V_0$  - millilitrda (ml) ifodalangan dastlabki namunaning ekstrakti hajmi;

$V_1$  - millilitrda (ml) ifodalangan dastlabki namunaning ekstrakt hajmidan olingan alikot;

$V_2$  - SPE ustunidan o'tgandan keyin umumiy eluat hajmi ( $S_1$ )

$V_1$  - tuzilgan, millilitrda (ml) ifodalangan;

$V_3$  -  $S_1$  eritmasidan olingan alikot, millilitrda (ml) ifodalangan;

$V_4$  - millilitrda (ml) ifodalangan  $S_1$  dan alikotning yakuniy miqdori.

Quruq moddaga asoslangan natija:

$$w_{Cr(VI)-dry} = w_{Cr(VI)} \cdot D$$

Bu yerda  $D$  quruq moddaga aylanish omili:

$$D = \frac{100}{100 - w}$$

Bu yerda  $w$  - ISO 4684 standarti yordamida aniqlangan uchuvchi moddaning massa ulushi, foizda ifodalangan.

**8.2 Qayta tiklash darajasi (7.6.1 ga muvofiq)**

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

Bu yerda

$\eta$ - tiklanish darajasi, foizda (%);

$\rho$  - shpikli xrom (VI) ning massa konsentratsiyasi, millilitrga mikrogramlarda (mkg/ml);

$F$  - kalibrlash egri chizig'ining gradienti, mikrogramda millilitrda (ml/mkg);

$A_{1s}$  - xrom (VI) va DPC qo'shilgandan keyin eritmaning absorbsiyasi;

$A_{2s}$  - xrom (VI) qo'shilgandan so'ng, lekin DPC qo'shmasdan eritmaning absorbsiyasi;

$A_1$  - namuna eritmasining DPC bilan absorbsiyasi;

$A_2$  - DPCsiz namuna eritmasining absorbsiyasi.

**8.3 Natijalarni ifodalash**

Xrom (VI) tarkibi 0,1 mg ga yaxlitlangan kilogramm uchun milligramlarda (mg/kg) berilgan. Tarkibi quruq moddaga asoslangan. ISO 4684 ga muvofiq aniqlangan uchuvchi moddalar foizda (%) 0,1 % ga yaxlitlangan holda berilgan.

Teri uchun ekstraksiya matritsasi murakkab (masalan, rang berish tufayli) va 3 mg / kg dan past natijalar katta o'zgarishlarni ko'rsatadi va cheklangan ishonchlilikka ega; shuning uchun miqdorni aniqlash chegarasi 3 mg / kg ni hisobga olish kerak.

Xrom (VI) ning 3 mg/kg dan yuqori miqdori aniqlangan taqdirda, ijobiy natija shovqin qiluvchi moddalar ta'sirida ekanligini aniqlash uchun tekshirilayotgan eritmaning UV/VIS spektrini standart eritma (5.5) bilan solishtirish kerak.

**9 Sinov bayonnomasi**

Sinov bayonnomasida quyidagi ma'lumotlar bo'lishi kerak:

- a) 8,1 dan 0,1 mg/kg gacha olingan xrom (VI) tarkibi;
- b) ushbu hujjatga havola, ya'ni ISO 17075-1:2017;
- c) agar kerak bo'lsa, sinovdan o'tgan namunaning tavsifi va namuna olish to'g'risidagi ma'lumotlar (7.1);
- d) foydalanilgan hujayra uzunligi, agar 40 mm bo'lmasa;
- e) terining uchuvchi moddasi foizlarda (%) 0,1 % gacha;
- f) 80% dan kam yoki 120 % dan yuqori bo'lsa, foizlarda (%) qayta tiklash darajasi;
- g) protseduradan har qanday og'ishlar tafsilotlari.

**A ilova**

(ma'lumot uchun)

**Qattiq fazali ekstraksiya (SPE) materiali**

Agar rangli moddalar, masalan, bo'yoqlar, ekstraksiya jarayonida birgalikda ekstraksiya qilinsa<sup>7.2</sup>, bu potentsial xalaqit beruvchi moddalarni ekstraksiya eritmasidan olib tashlash kerak.

Tajriba shuni ko'rsatadiki, kichik ustunlarga qadoqlangan har xil turdagi qattiq fazali ekstraksiya materiallari rangli moddalarni samarali ravishda olib tashlashi mumkin.

Teridan olinadigan rangli moddalar miqdori bo'yoqni qo'llash va mahkamlash jarayoniga qarab farq qilishi mumkin. Birgalikda olingan bo'yoq SPE ustunli material tomonidan olib tashlanishi muhim ahamiyatga ega.

Tegishli SPE materiallariga misollar<sup>1)</sup> :

- laboratoriyalararo sinovlarda, 1 g RP (C18) moddasi bo'lgan patronlar va Dionex patronlari (Dionex) OnGuard®RP) sinovdan o'tgan;
- boshqa mos patronlar Waters (WATERS Sep-Pak®Plus tC18);
- faollashtirilgan magniy silikatli kartrij, masalan, Florisil kabi SPE materiali ham mos keladi®.

Rangli moddalarni olib tashlash uchun ba'zi hollarda 1 g dan ortiq SPE moddasi yoki boshqa fazalardan foydalanish tavsiya etiladi. Har holda, tiklanish tezligi juda ehtiyotkorlik bilan tekshirilishi kerak.

Faollashtirilgan ko'mir ekstraktlarni rangsizlantirish uchun yaroqsiz ekanligi isbotlandi

Dionex OnGuard® RP, WATERS Sep-Pak® Plus tC18 va Florisil® tijoratda mavjud bo'lgan mos mahsulotlarga misoldir. Ushbu ma'lumot ushbu standart foydalanuvchilariga qulaylik yaratish uchun berilgan va ISO tomonidan ushbu mahsulotlarni tasdiqlamaydi.

**B ilova**

(ma'lumot uchun)

**Aniqlik**

2007 yilda o'tkazilgan ikkita alohida laboratoriyalararo sinovdan olingan natijalar B.1 va B.2-jadvallarda tasvirlangan.

**B.1-jadval - Ikki turdagi charmlar uchun 1-sinovdan olingan aniqlik ma'lumotlari**

Kilogramm uchun milligrammdagi qiymatlar (mg/kg)

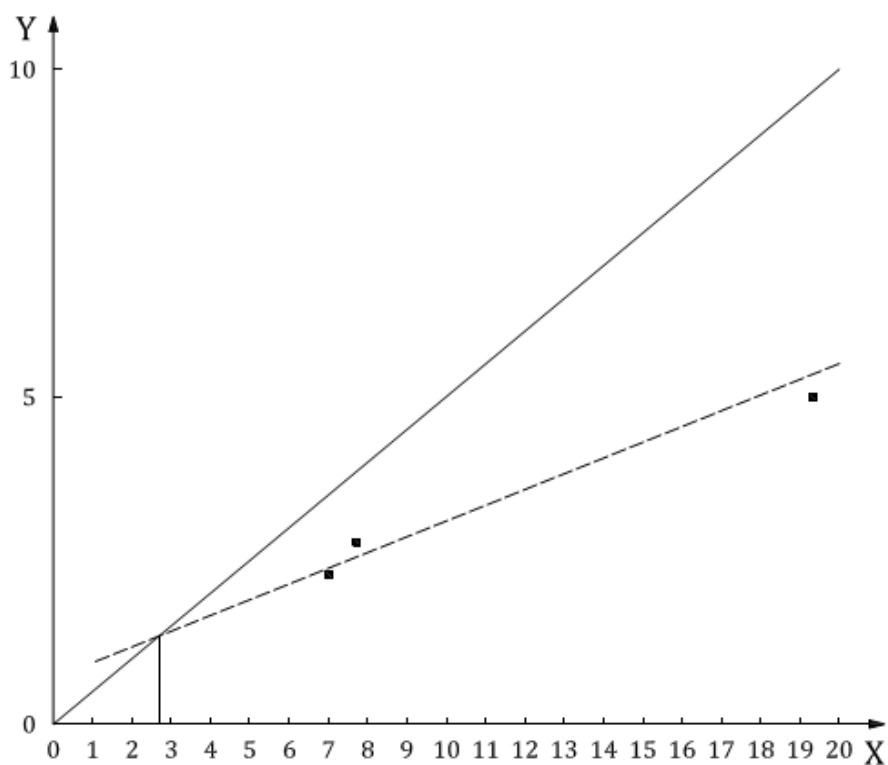
Xromium(VI) tarkibi <sup>a</sup>	Takrorlanuvchanlik <sup>b</sup>	Qaytariluvchanlik b
7,04	1,58	3,22
7,83	1,11	3,54
<sup>a</sup> O'rtacha qiymatlar. <sup>b</sup> P95 %, omil 2,8.		

**B.2-jadval - Bir turdagi charm uchun 2-sinov natijalari**

Laboratoriya	Xromium(VI) tarkibi					O'rtacha qiymat
	mg/kg					mg/kg
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
O'rtacha qiymat: 19,4 mg/kg						
Noaniqlik: 5,0 mg/kg						

B.1-rasmda ko'rsatilgan ma'lumotlarni hisobga olgan holda, usulning miqdoriy chegarasi o'rtacha qiymat uchun 3 mg / kg sifatida belgilanadi.



Bu yerda

X Laboratoriyalararo testlarning o'rtacha qiymatlari (2003 - 2005 yilgacha)

Y o'rtacha qiymat bilan bog'liq o'lchov noaniqliklari

**B.1-rasm — Cr(VI) sinov usulining miqdoriy chegarasini grafik aniqlash**

**C ilova**  
(ma’lumot uchun)

**Kolorimetrik usul (ISO 17075-1) va ionli xromatografiya usuli (ISO 17075-2) o‘rtasidagi taqqoslash**

Ma’lumotlarC.1-jadvalLaboratoriyalararo sinovda (2015 yil sentyabr) 13 ta ishtirokchi laboratoriyada olingan. Noma’lum miqdorda xrom (VI) bo‘lgan bitta kesilgan teri namunasi tahlil qilindi.

C.1-jadval - Kolorimetrik usul (ISO 17075-1) va ionli xromatografiya usuli (ISO 17075-2) yordamida teri namunasidan olingan laboratoriyalararo natijalar

Kolorimetrik usul (ISO 17075-1)		Ion xromatografiya usuli (ISO 17075-2)	
O‘rtacha	Standart og‘ish	O‘rtacha	Standart og‘ish
mg/kg		mg/kg	
3,71	0,93	2,56	1,17

O‘zMSt ISO 17075-1:2024 (ISO 17075-1:2017, IDT)

**Bibliografik ma’lumotlar**

SUT 59.140.30