

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

---

Charm. Charm tarkibidagi xrom (VI) miqdorini kimyoviy aniqlash. 2-Qism.  
Xromatografik usul

(ISO 17075-2:2017, 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 Xromium(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 17075-2 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 charm namunalarini olish va sinovdan o'tkazish uchun xalqaro usullarni o'rnatish uchun mas'ul bo'lgan uchta komissiya mavjud. ISO IULTCSni charm sinov usullarini tayyorlash bo'yicha xalqaro standartlashtirish organi sifatida tan oladi.

ISO 17075-2 ning ushbu birinchi nashri ISO 17075-1 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:

- xromatografik analitik texnika qo'shildi;
- namuna tayyorlash qayta ko'rib chiqildi;
- 7.1 va 7.2-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

**Charm. Charm tarkibidagi xrom (VI) miqdorini kimyoviy aniqlash. 2-Qism.  
Kolorimetrik usul**

**Кожа. Химическое определение содержания хрома (VI) в коже. Часть 2:  
Колориметрический метод**

**Leather. Chemical determination of Chromium(VI) content in leather. Part 2.  
Colorimetric method**

Amalga kiritish sanasi 12.10.2024

**1 Qo'llanish doirasi**

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

Ushbu standart barcha charm 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 hujjatda tasvirlangan protsedura natijasida olingan natijalar bilan taqqoslanmaydi.

Agar charm namunasi ISO 17075-1 va ushbu standart bilan sinovdan o'tkazilsa, ushbu standart bilan olingan natijalar ma'lumotnoma sifatida qabul qilinadi. Ushbu standartda tasvirlangan usulning afzalligi shundaki, ekstrakt rangidan hech qanday shovqin yo'q. Shunga qaramay, laboratoriyalararo sinovlar sezilarli farqlarni ko'rsatmaydi (D ilovaga qarang) va natijalarni 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 Charm - Kimyoviy, fizik-mexanik va chidamlilik sinovlari. Namuna olish joyi (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 Charm. Kimyoviy sinovlar. Kimyoviy sinov namunalarini tayyorlash (Leather. Chemical tests. Preparation of chemical test samples).

### 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 charmdagi 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. Filtrlangan ekstraktning alikvoti UV-VIS aniqlash bilan ion almashinadigan xromatografiya yordamida Cr(VI) uchun tahlil qilinadi.

### 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 1000 ml suvda (5.7) eritib, fosfor kislotasi (5.2) bilan pH  $8,0 \pm 0,1$  ga sozlang. Ushbu eritmani argon yoki azot (5.6) yoki ultratovushli vanna bilan gazzizlang.

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

#### 5.2 Fosfor kislotasi eritmasi

700 ml o-fosfor kislotasi,  $p = 1,71$  g/ml, suv bilan 1000 ml gacha (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.

**5.3 Kaliy dixromati ( $K_2Cr_2O_7$ ), ( $16 \pm 2$ ) h davomida ( $102 \pm 2$ ) °C da quritiladi.**

#### **5.4 Xrom (VI) zaxira eritmasi**

2829 g kaliy dixromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) (5.3) suvda (5.7) o'lchov kolbasida va suv bilan 1000 ml gacha (5.7). 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 µg xrom mavjud.

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

Ushbu konsentratsiya darajasida olti valentli xromning 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 ISO 3696 da ko'rsatilganidek distillangan yoki deionizatsiyalangan suv, sifat darajasi 3.

## 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  $(50 \pm 10) \text{ ml} / \text{min}$  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 Umumiy laboratoriya shisha idishlariva pipetkalar.

6.6 UV detektorli ion almashinadigan xromatografiya yoki anion almashinadigan ustunli va UV detektorli yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC). Fotodiodli massiv detektor (DAD) tavsiya etiladi.

6.7 Analitik tarozi, 0,1 mg gacha tortish qobiliyatiga ega.

6.8 HPLC uchun mos flakonlar.

6.9 O'tkir kesish vositasiyoki pichoq, charmni 3 mm dan 5 mm gacha bo'laklarga kesish uchun mos keladi.

## 7 Tartib-taomil

### 7.1 Namuna olish va namunalar tayyorlash

Natijalar o'rtacha arifmetik va 0,01 mm gacha bo'lgan diapazon sifatida ifodalanishi kerak.

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

Charm namunasini kesish orqali tayyorlang (6.9) ISO 4044:2017, 6.3 da ko'rsatilgan usul bo'yicha kichik bo'laklarga bo'linadi.

### 7.2 Analitik eritma tayyorlash

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

Konussimon kolbani charm bo'laklari bilan  $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$  davomida mexanik orbital chayqatish moslamasida  $(100 \pm 10) \text{ min}^{-1}$  (6.1) xona haroratida xrom (VI) ni olish uchun silkiting.

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

Ekstraksiyaning 3 soati tugagandan so'ng darhol konussimon kolba tarkibini membranali filtr orqali qopqoqli shisha yoki plastmassa 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.

Filtrlangan ekstraktning bir qismini flakonga o'tkazing (6.8).

### 7.3 Xromatografik shartlar

Xrom (VI) ni aniqlash ion xromatografik texnikasi yordamida amalga oshiriladi. Sifatida laboratoriyalarning instrumental jihozlari farq qilishi mumkin, tahlil qilish uchun maxsus qo‘llaniladigan ko‘rsatmalar berilmaydi. Biroq, ish parametrlari va ion xromatografik misollar B va C ilovalarida keltirilgan xrom (VI) tahlillari muvaffaqiyatli sinovdan o‘tkazildi va foydalanildi. B ilova 372 nm da xromat cho‘qqisini to‘g‘ridan-to‘g‘ri aniqlash orqali xrom (VI) ni aniqlaydi. C ilova 1,5-difenilkarbazid bilan kolonnadan keyingi reaksiyadan so‘ng xromni (VI) yutilish cho‘qqisini 540 nm da o‘lchash orqali aniqlaydi.

Amaldagi usul tiklanish tezligini aniqlash (7.5) yordamida tekshirilishi kerak va kuzatilgan natijalar A ilovada keltirilgan diapazonda bo‘lishi kerak.

Inyeksiya hajmini VM sifatida yozing va xromat cho‘qqisining maydonini a sifatida yozing.

### 7.4 Kalibrlash

Teri tarkibidagi xrom (VI) tarkibi tashqi standart kalibrlash bilan aniqlanadi.

Standart eritmadan kalibrlash eritmalarini tayyorlang (5.5). Ushbu eritmalaridagi xrom (VI) kontsentratsiyasi kutilgan o‘lchov oralig‘ini qoplashi kerak.

1 ml dan 25 ml gacha standart eritma (5.5) oralig‘ida kamida beshta standartdan foydalangan holda mos kalibrlash egri chizig‘ini tuzing. Berilgan hajmdagi standart eritma (5.5) 25 ml hajmli pipetka bilan o‘tkaziladi. Ekstraksiya eritmasi (5.1) bilan hajmgacha oshiring, yaxshilab aralashtiriladi va mos keladigan alikotni o‘tkazing.

1-jadvalda ko‘rsatilganidek, kalibrlash darajalarini tayyorlang.

**1-jadval — Kalibrlash darajalarini tayyorlash**

|  |                           |      |     |      |       |
|--|---------------------------|------|-----|------|-------|
| Volume of the standard solution (5.5) (ml)   | 1,25                      | 2,5  | 5   | 12,5 | 25    |
| Volume of the extraction solution (5.1) (ml) | 23,75                     | 22,5 | 20  | 12,5 | 0     |
| Final volume (ml)                            | 25 ml in volumetric flask |      |     |      |       |
| Concentration of hexavalent chromium (µg/l)  | 50                        | 100  | 200 | 500  | 1 000 |

Aliquotni xromatografiya tizimi (6.8) uchun mos keladigan flakonga (6.6) o‘tkazing.

Xromatografik tizimda standartlarni AOK qiling (6.6). Har bir standart uchun bir xil hajmni kiriting. Namunalar uchun teng hajmda in'ektsiya qilish tavsiya etiladi.  $V_C$  sifatida  $\mu\text{l}$  da kiritilgan hajmni yozib oling.

Xromat cho‘qqilarining o‘lchangan maydonlariga qarshi xrom(VI) konsentratsiyasini millilitr uchun Cr mikrogramlarida (RC/ml) belgilang. Xrom(VI) konsentratsiyasini  $x$  o‘qiga va  $y$  o‘qidagi maydonni belgilang.

## 7.5 Qayta tiklash tezligini aniqlash

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

Xrom (VI) kontsentratsiyasini 10 mg/kg ga oshirish uchun 7.2 da olingan eritmaning alikvotini mos hajmdagi xrom (VI) eritmasi bilan seping. Kalibrlashda AOK qilingan hajm bilan bir xil hajmdagi eritmani kiriting (hududni As sifatida yozib oling).

Xrom (VI) kontsentratsiyasini 10 mg/kg ga oshirish uchun ekstraksiya eritmasidan (5.1) (7.2-bandda olingan eritmadan oldingi hajm bilan bir xil hajmda) tegishli hajmdagi xrom (VI) eritmasi bilan seping. bu eritmaning yakuniy hajmi yuqoridagi xrom (VI) eritmasi bilan tikilgan eritma bilan bir xil bo'lishi. Kalibrlashda kiritilgan hajm bilan bir xil hajmdagi eritmani kiriting (hududni A<sub>st</sub> sifatida yozib oling).

Ushbu eritmalarining xromat cho'qqisining maydoni kalibrlash egri diapazonida bo'lishi kerak, aks holda protsedurani kichikroq alikvot yordamida takrorlang. Qayta tiklash darajasi 80 % dan 120 % gacha bo'lishi kerak.

Izoh - Agar qo'shilgan xrom (VI) aniqlanmasa, bu terida qaytaruvchi moddalar mavjudligidan dalolat beradi. Bu terida xrom (VI) tarkibiga ega emas (aniqlash chegarasidan past) degan xulosaga keladi.

## 8 Natijalarni hisoblash va ifodalash

### 8.1 Xrom (VI) tarkibini hisoblash

$$w_{Cr(VI)} = \frac{(A - b) \cdot V_0 \cdot V_C}{V_M \cdot m \cdot F}$$

Bu yerda

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

A namuna ekstrakti xromatogrammasidagi xromat cho'qqisining maydoni;

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

b kalibrlash egri chizig'ining kesishishi (y/x);

m olingan charm namunasining gramm (g) bilan ifodalangan massasi;

$V_0$  millilitrda (ml) ifodalangan namunaning ekstrakt hajmi;

$V_C$  mikrolitrda (mkl) ifodalangan kalibrlashda inyeksiya hajmi;

$V_M$  mikrolitrda (mkl) ifodalangan namuna tahlilidagi inyeksiya hajmi.

Natijalar quruq moddaga asoslangan

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

Bu yerda D quruq moddaga aylanish omili:

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



Bu yerda  $w$  - ISO 4684 standarti bo‘yicha boshqa namuna bo‘lagi bilan aniqlangan uchuvchi moddaning massa ulushi, foizda ifodalangan.

### 8.2 Qayta tiklash darajasi (7.5 ga muvofiq)

$$\eta = \frac{A_s \cdot (V_1 + V_2) - A \cdot V_1}{A_{st} \cdot (V_1 + V_2)} \cdot 100$$

#### Bu yerda

- $\eta$  - tiklanish darajasi, foizda (%);
- $V_1$  - shpikli eritmadagi namuna eritmasining hajmi, millilitrda (ml);
- $V_2$  - shpikli eritmadagi xromat standartining hajmi, millilitrda (ml);
- $A_s$  - (7.5) da aniqlanganidek, xrom (VI) qo‘shilgandan keyin namuna eritmasining xromat cho‘qqisining maydoni;
- $A$  - (7.3) da aniqlangan dastlabki namunadagi xromat cho‘qqisining maydoni;
- $A_{st}$  - (7.5) da aniqlanganidek, xrom (VI) qo‘shilgandan keyin ekstraktsiya eritmasining xromat cho‘qqisining maydoni.

### 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.

## 9 Sinov bayonnomasi

- Sinov bayonnomasida quyidagi ma’lumotlar bo‘lishi kerak:
- 8,1 dan olingan xrom (VI) tarkibi(lar). 8.1 eng aniq 0,1 mg/kg;
  - ushbu hujjatga havola, ya’ni ISO 17075-2:2017;
  - sinovdan o‘tgan namunaning tavsifi va namuna olish tafsilotlari (7.1), agar kerak bo‘lsa;
  - xromatografik texnikaning qisqacha tavsifi (ya’ni to‘g‘ridan-to‘g‘ri aniqlash texnikasi yoki ustundan keyingi reaksiya ishlatilganmi);
  - charmning uchuvchi moddasi foizda (%) 0,1 % gacha;
  - tiklanish darajasi foizlarda (%);
  - rotseduradan har qanday og‘ishlar tafsilotlari.

**A ilova**  
(ma'lumot uchun)

**Aniqlik**

Ikki turdagi charm uchun 2015-yil iyun oyida o'tkazilgan xalqaro laboratoriyalararo sinovdan olingan natijalar quyidagicha A.1-jadval, A.2-jadval va A.3-jadvalda umumlashtiriladi..

**A.1-jadval - Bir turdagi charm bo'yicha natijalar (Charm A)**

| Laboratoriya                         | Xrom (VI) tarkibi |      |      | O‘rtacha qiymat |
|--------------------------------------|-------------------|------|------|-----------------|
|                                      | mg/kg             |      |      |                 |
| 01                                   | 6,41              | 6,43 | 6,09 | 6,31            |
| 02                                   | 6,20              | 6,70 | 6,40 | 6,43            |
| 03                                   | 3,57              | 3,92 | 3,89 | 3,79            |
| 04                                   | 5,90              | 6,34 | 5,98 | 6,07            |
| 05                                   | 7,10              | 7,40 | 6,90 | 7,13            |
| 06                                   | 3,86              | 3,83 | 4,01 | 3,90            |
| 07                                   | 5,80              | 4,60 | 5,60 | 5,33            |
| 10                                   | 4,20              | 4,70 | 4,60 | 4,50            |
| 11                                   | 4,10              | 4,20 | 3,90 | 4,07            |
| O‘rtacha qiymat: 5,28                |                   |      |      |                 |
| Noaniqlik: ± 0,97, k = 2,31 (P 95 %) |                   |      |      |                 |

**A.2-jadval - Bir turdagi charm bo'yicha natijalar (Charm B)**

| Laboratoriya                        | Xrom (VI) tarkibi |       |       | O‘rtacha qiymat |
|-------------------------------------|-------------------|-------|-------|-----------------|
|                                     | mg/kg             |       |       |                 |
| 01                                  | 30,12             | 29,48 | 29,89 | 29,83           |
| 02                                  | 29,80             | 28,90 | 29,20 | 29,30           |
| 03                                  | 26,40             | 25,40 | 27,30 | 26,37           |
| 04                                  | 29,30             | 28,64 | 30,03 | 29,32           |
| 05                                  | 30,80             | 31,00 | 30,50 | 30,77           |
| 06                                  | 24,18             | 22,61 | 23,03 | 23,27           |
| 07                                  | 24,40             | 23,80 | 25,50 | 24,57           |
| 09                                  | 29,60             | 29,40 | 28,50 | 29,17           |
| 10                                  | 21,90             | 23,70 | 23,80 | 23,13           |
| 11                                  | 26,60             | 25,10 | 24,60 | 25,43           |
| O‘rtacha qiymat: 27,1               |                   |       |       |                 |
| Noaniqlik: ± 2,1, k = 2,26 (P 95 %) |                   |       |       |                 |

**A.3-jadval - Ikki turdagi charmlar bilan laboratoriyalararo sinovdan olingan aniqlik ma’lumotlari**

Kilogramm uchun milligrammdagi qiymatlar (mg/kg)

| Xrom(VI) tarkibi <sup>a</sup>  | Takrorlanuvchanlik <sup>b</sup> | Qaytariluvchanlik <sup>b</sup> |
|--|---------------------------------|--------------------------------|
| 5,28   | 0,68                            | 2,96                           |
| 27,1   | 1,60                            | 6,67                           |
| <sup>a</sup> O‘rtacha qiymatlar.<br><sup>b</sup> P 95 %, birinchi qatorlar uchun mos ravishda 2,31 va ikkinchi qatorlar uchun 2,26 ko‘effitsientlar. |                                 |                                |

**B ilova**  
(ma'lumot uchun)

**To'g'ridan-to'g'ri aniqlash usuli uchun xromatografik shartlar**

**B.1 Umumiy qoidalar**

Laboratoriyalarning instrumental jihozlari har xil bo'lishi mumkinligi sababli, ion xromatografik tahlil uchun umumiy qo'llaniladigan ko'rsatmalar berilmaydi. Quyidagi parametrlar muvaffaqiyatli sinovdan o'tkazildi va foydalanildi.

Amaldagi usul tiklanish tezligini aniqlash yordamida tekshirilishi kerak (7.5) va kuzatilgan natijalar ro'yxatda keltirilgan diapazonda bo'lishi kerakA ilova.

**B.2 Ion xromatografik sharoitlarga misol**

**B.2.1 Mobil fazali reagentlar**

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

B.2.1.1 Suvsiz ammoniy sulfat,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (CAS: 7783-20-2).

B.2.1.2 Natriy gidroksidi, NaOH (CAS: 1310-73-2).

B.2.1.3 Mobil fazali zaxira eritmasi.

33,00 g suvsiz ammoniy sulfat va 0,40 g natriy gidroksidni o'lchov kolbasida eritib, suv bilan 1000 ml ga yetkazing (5.7). Bu eritma ammoniy sulfatda 250 mmol va natriy gidroksidda 10 mmoldir. Uning pH darajasi 8,2. Ushbu eritmada haftada bir marta xromatografiya uchun elyuent tayyorlanadi (B.2.1.4). Yaroqlilik muddati 4 °C da to'rt oygacha.

**B.2.1.4 Mobil bosqich**

100 ml zaxira eritmasini (B.2.1.3) 1000 ml o'lchov kolbasiga soling va suv bilan belgigacha suyultiring (5.7). Bu eritma ammoniy sulfatda 25 mmol va natriy gidroksidda 1 mmol. pH 8,0 ± 0,2 ekanligini tekshiring. Eritmani membranali filtr orqali filtrlang. Xona haroratida saqlash muddati bir haftagacha.

**B.2.2 Instrumental shartlar**

— Ustunli pech: 30 °C

— Mobil faza: 25 mmol ammoniy sulfat va 1 mmol natriy gidroksid (B.2.1.4)

— Ustun: anion almashinadigan ustun (to'rtlamchi ammoniy funksional guruhlari bo'lgan polimetakrilat smola), 4,6 × 75 mm, 1 mm oldingi ustunli

— To'liq uzunligi diapazoni (faqat DAD uchun): 200–550 nm oralig'ida UV spektrini yozib oling

— Olingan xromatogrammaning to'liq uzunligi: 372 nm

— Oqim tezligi: 0,9 ml/min

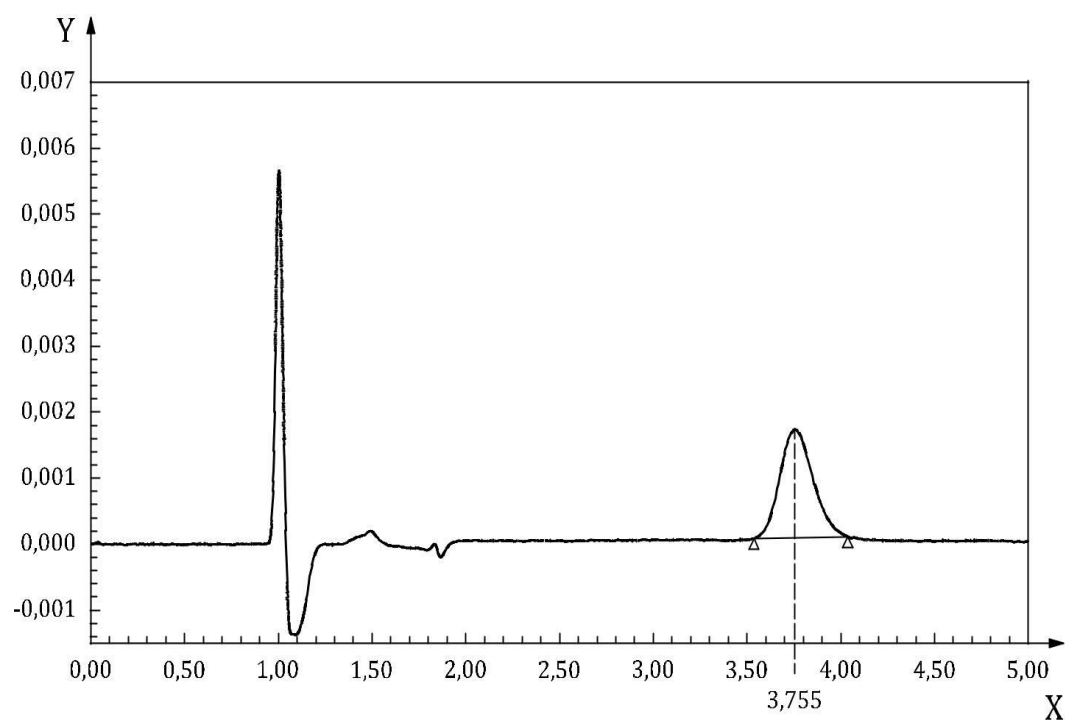
- Inyeksiya hajmi: 50 µl

- Xromatogrammaning ishlash vaqti: 5 min

- Inyeksiyalar orasidagi muvozanat: 6 min

DAD diodli massiv detektor aniqlangan cho'qqining UV spektrini standart xromat spektri bilan taqqoslash orqali xromat identifikatorini ishonchli tasdiqlash imkonini beradi. B.1-rasm3,9 mg/kg Cr(VI) ni o'z ichiga olgan bitta namunadan olingan xromatogrammani ko'rsatadi. B.2-rasm namunada topilgan xromat anionining UV spektrini ko'rsatadi.

**B.3 Tijoriy namunani tahlil qilishda olingan xromatogramma va UV spektrining namunasi**



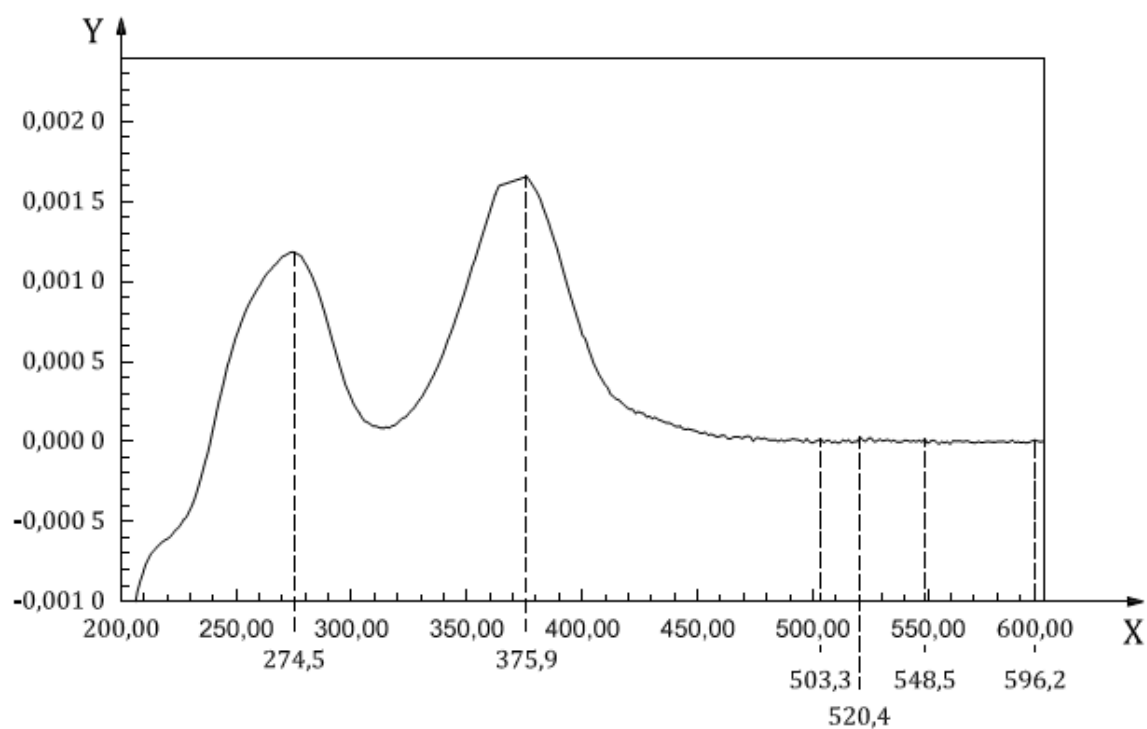
**Bu yerda**

X min

Y AU

Izoh - Cho'qqi: Xromat, 3,755 min.

**B.1-rasm - 3,9 mg/kg Cr(VI) o'z ichiga olgan bitta namunadan olingan xromatogramma**



**Bu yerda**

X nm

Y AU

**B.1-rasm namunasining xromatogrammasidan olingan xromat ionining ultrabinafsha spektri DAD detektorida bilan 3,757 mi**

**C ilova**

(ma'lumot uchun)

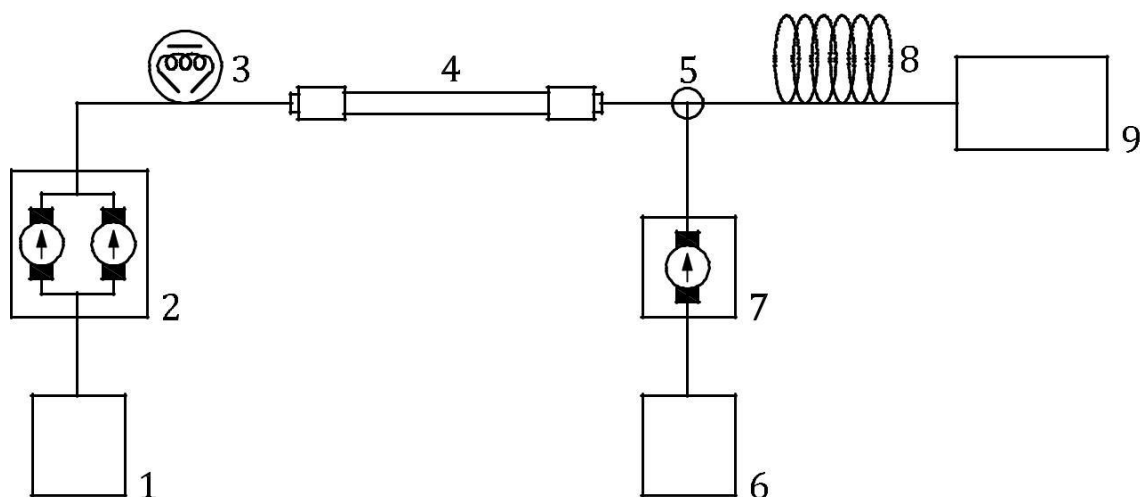
**Ustundan keyingi reaksiya bilan usul uchun xromatografik shartlar****C.1 Umumiy qoidalar**

Laboratoriyalarning instrumental jihozlari har xil bo'lishi mumkinligi sababli, ion xromatografik tahlil uchun umumiy qo'llaniladigan ko'rsatmalar berilmaydi. Quyidagi parametrlar muvaffaqiyatli sinovdan o'tkazildi va foydalanildi.

Amaldagi usul tiklanish tezligini aniqlash yordamida tekshirilishi kerak (7.5) va kuzatilgan natijalar A ilovada ro'yxatda keltirilgan diapazonda bo'lishi kerak.

**C.2 Xromatografik tizim va apparatlar talab qilinadi**

Post ustunli reaksiya bilan ionli xromatografiya usuli qisqacha C.1-rasmda bayon qilingan.

**Bu yerda**

- 1 mobil faza
- 2 LC nasosi
- 3 inyeksiya halqasi
- 4 analitik ustun
- 5 nol o'lik hajmli tee
- 6 ustunli post reaktivi
- 7 ustunli reaktiv pompasi
- 8 reaksiya spirali
- 9 detektor (MWD yoki DAD)

**C.1 – rasm - Post ustunli reaksiya bilan ionli xromatografiya uchun tizim diagrammasi**

Xrom (VI) anion almashinadigan statsionar faza bilan o'ralgan analitik ustun yordamida tahlil qilinadi.

1,5-difenilkarbazidni o'z ichiga olgan ustundan keyingi reagent nol o'lik hajmli tee yordamida kolonka va reaktor lasan orasiga qo'shiladi.

Reaksiya spirali kolonna va post kolonna reaktividan elimentning to'g'ri aralashishini ta'minlaydi va eritmadagi xrom (VI) 1,5-difenilkarbazidni 1,5-difenilkarbazongacha oksidlaydi. Bu ko'p to'lqin uzunligi detektori (MWD) yoki diodli massiv detektori (DAD) yordamida 540 nm da miqdorini aniqlash mumkin bo'lgan xrom bilan qizil / binafsha rangli kompleksni beradi.

C.2.1 Ikkita mos suyuqlik xromatorafiyasi (LC) nasoslari. Ulardan biri tizimdagi mobil fazani yetkazib berish uchun ishlatiladi, ikkinchisi reaksiya spirali oldidan post ustunli reagentni yetkazib berish uchun ishlatiladi.

C.2.2 Avtomatik namuna oluvchi yoki namunani quyish uchun namuna halqasi bilan jihozlangan qo'lda qarshi valfi.

C.2.3 Termostatli ustunli bo'linma .

C.2.4 Analitik ustun anion almashinadigan statsionar faza bilan o'ralgan.

C.2.5 Nol o'lik hajmli tee .

C.2.6 Mos reaksiya spirali .

C.2.7 540 nm da aniqlash qobiliyatiga ega detektor yoki MWD yoki DAD.

Izoh - Konfiguratsiyaning inertligini saqlab qolish uchun ustun va barcha kapillyarlar (jumladan, inyeksiya halqasi) PEEKda.

Ustunning ishlash muddatini uzaytirish uchun himoya ustunidan foydalanish tavsiya etiladi. Polistirol-divinilbenzol zarralari bilan o'ralgan PEEK-dagi himoya ustuni qo'llaniladi.

### **C.3 Analitik shartlarga misol**

C.3.1 Mobil faza va ustun ustunli reaktivlar

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

C.3.1.1 Ammoniy sulfat,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (CAS: 7783-20-2).

C.3.1.2 Ammoniy gidroksidi,  $\text{NH}_4\text{OH}$  (CAS: 1336-21-6) suvda 28 %  $\text{NH}_3$  sifatida.

C.3.1.3 1,5-difenilkarbazid,  $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$  (CAS: 140-22-7).

C.3.1.4 Metanol,  $\text{CH}_3\text{OH}$  (CAS: 67-56-1).

C.3.1.5 Sulfat kislota,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (CAS: 7664-93-9) 98 % tozalikda.

C.3.2 Mobil bosqichga tayyorgarlik

$(33,0 \pm 0,1)$  g ammoniy sulfat (C.3.1.1) va 8,0 ml ammoniy gidroksid (C.3.1.2) 1000 ml o'lchov kolbasiga distillangan suv bilan to'ldiring (5.7).

C.3.3 Post ustunli reaktivni tayyorlash

1000 ml o'lchov kolbasida 28 ml sulfat kislota eritiladi (C.3.1.5) taxminan 500 ml distillangan suvda (5.7) va sovushini kutib turing

Bu vaqt ichida  $(0,50 \pm 0,01)$  g 1,5-difenilkarbazid (C.3.1.3) 100 ml metanolda (C.3.1.4).

Kislotali eritma sovutilganda, magnit aralashtirgich bilan aralashtiriladi va difenilkarbazid eritmasi kislotali eritma bilan aralashtiriladi va suv bilan belgigacha to'ldiriladi (5.7).

C.3.4 Instrumental sharoitlar

- Analitik ustun: funksional guruh sifatida alkil to'rtlamchi ammoniyli anion almashinuv ustuni.

Uzunligi: 250 mm. Ichki diametri: 4 mm

- Uzunligi 35 mm va ichki diametri 4 mm bo'lgan himoya ustuni

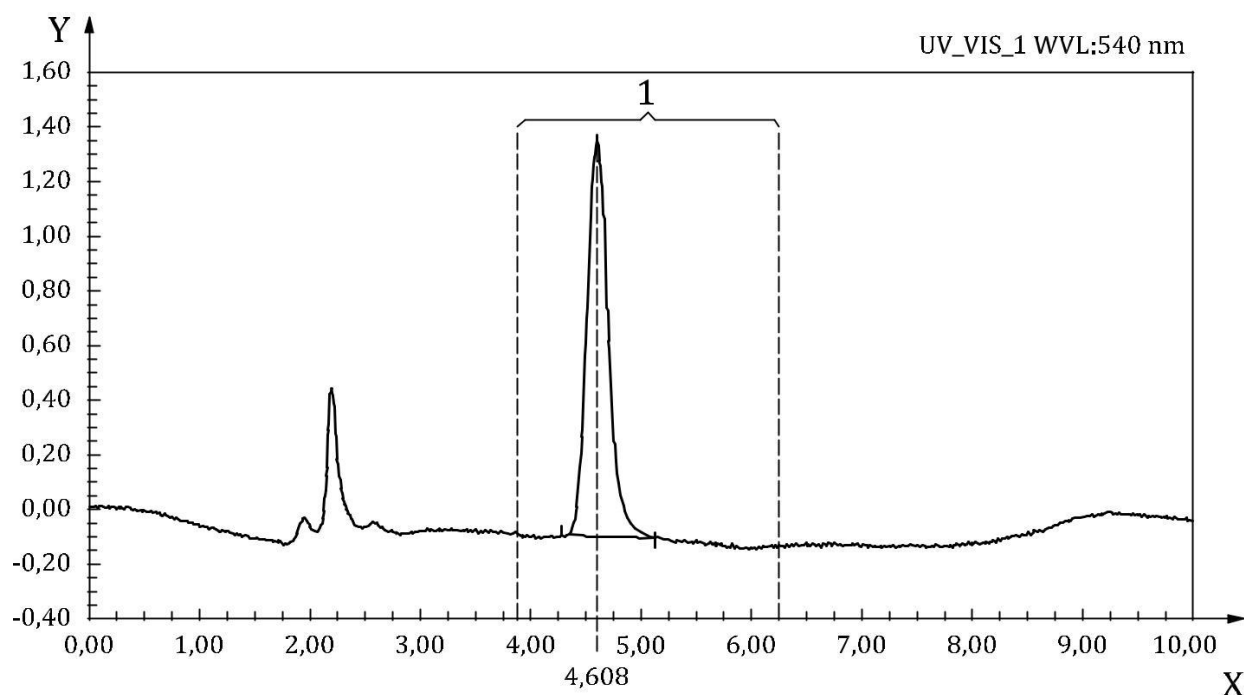
- Reaksiya spirali hajmi: 750  $\mu\text{l}$



- Inyeksiya hajmi: 100  $\mu$ l
- Mobil fazali oqim tezligi: 1ml/min
- Post ustunli reaktiv oqimi tezligi: 0,33 ml/min
- Ish vaqti: 10 min

C.4 Xromatogrammalarga misollar

C. 2-rasmda 5  $\mu$ g/l standartidagi xromatogramma va C. 3-rasmda 3 mg/kg haqiqiy charm namunasining xromatogrammasi ko'rsatilgan.



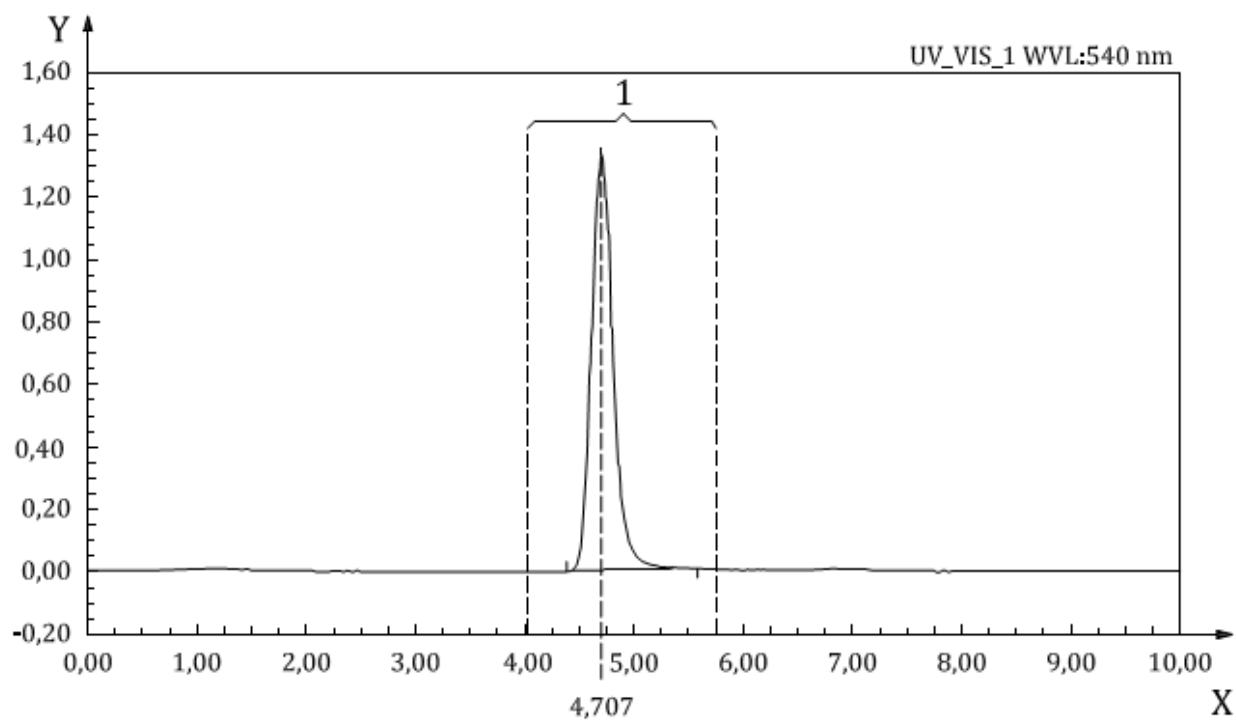
Bu yerda

1 xrom (VI) – 4,608

X min

Y mAU

**C.2 – rasm - 5  $\mu$ g/l standartning xromatogrammasi (kalibrlash egri chizig'ining birinchi darajasiga to'g'ri keladi)**



**C.3 – Rasm - 3 mg/kg dagi haqiqiy charm namunasining xromatogrammasi**

**D ilova**  
(ma’lumot uchun)

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

D.1 jadvaldagi ma’lumotlar 13 ta ishtirok etadigan laboratoriyalar bilan laboratoriyalararo sinovda (2015 sentabr) olingan. Noma’lum miqdordagi xrom (VI) bo‘lgan bitta kesilgan charm namunasi tahlil qilindi.

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

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

O‘zMSt ISO 17075-2:2024 (ISO 17075-2:2017, IDT)

**Bibliografik ma’lumotlar**

**SUT 59.140.30**