

O‘ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

**Charm. Xrom oksidi tarkibini kimyoviy aniqlash. 4-Qism. Induktiv bog‘langan plazma
(ICP) bo‘yicha miqdorni aniqlash**

(ISO 5398-4:2018, 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 5398-4:2018 “Leather. Chemical determination of chromic oxide content. Part 4. Quantification by inductively coupled plasma (ICP)” 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

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 hujjatni ishlab chiqishda qo'llaniladigan tartib-taomillar va uni keyingi ta'mirlash uchun mo'ljallangan tartib-taomillar 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 (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 qismida va/yoki olingan patent deklaratsiyalarining ISO ro'yxatida bo'ladi (www.iso.org/patents ga qarang).

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

Muvofiqlikni baholash bilan bog'liq ISO o'ziga xos atama va iboralarning ma'nosi, shuningdek, ISOning Jahon Savdo Tashkilotining (JST) Savdodagi Texnik To'siqlar (TBT) tamoyillariga sodiqligi haqida ma'lumot olish uchun quyidagi URL manziliga qarang:www.iso.org/iso/foreword.html

Ushbu hujjat Xalqaro charm texnologlari va kimyogarlari jamiyatlari ittifoqining Kimyoviy sinovlar komissiyasi (IUC komissiyasi, IULTCS) tomonidan Evropa standartlashtirish qo'mitasi (CEN) CEN/TC 289 Texnik qo'mitasi bilan hamkorlikda tayyorlangan. CharmISO va CEN o'rtasidagi texnik hamkorlik to'g'risidagi bitimga (Vena kelishuvi) muvofiq kotibiyati UNI tomonidan amalga oshiriladi.

U nashr etilgan IUC 8 ga asoslangan J. Soc. Charm texnologiyasi. Kimyo., 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 charmdan namuna olish va sinovdan o'tkazish uchun xalqaro usullarni o'rnatish uchun mas'uldir. ISO IULTCSni charm 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 5398-4:2007) bekor qiladi va almashtiradi:

- "ICP-OES" tipidagi uskunalardan ko'proq narsani o'z ichiga olgan sarlavha "induktiv bog'langan plazma (ICP)" ga o'zgartirildi;
- Endi 5-bandda charmni maydalashdan ko'ra namuna tayyorlash uchun ISO 4044 standarti nazarda tutilgan;
- qo'shimcha mos ICP uskunalari (ICP-MS) tavsifi yangi 7.3 kichik bandga kiritilgan;

- mos ICP uskunasini tavsiflovchi oldingi 8.2.1 kichik bandi yangi ma'lumot beruvchi B ilovasiga ko'chirildi;

- matn tahririy tuzatishlar uchun qayta ko'rib chiqildi.

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

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

Kirish

ISO 5398 seriyasi to‘rt qismdan iborat bo‘lib, ularning har biri charmdagi 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 standart ISO 5398-1 va ISO 5398-2 da tavsiflanganidan ko‘ra xromni aniqroq aniqlash uchun mos bo‘lgan texnikani tavsiflaydi. Bu induktiv bog‘langan plazma (ICP) kabi murakkab analitik uskunalaridan foydalanishni talab qiladi.

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

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

Charm. Xrom oksidi tarkibini kimyoviy aniqlash. 4-Qism. Induktiv bog'langan plazma (ICP) bo'yicha miqdorni aniqlash

Кожа. Химическое определение содержания оксида хрома. Часть 4. Количественное определение методом индуктивно-связанной плазмы (ICP)

Leather. Chemical determination of chromic oxide content. Part 4. Quantification by inductively coupled plasma (ICP)

Amalga kiritish sanasi 12.10.2024

1 Qo'llanish doirasi

Ushbu standart charmdan olingan suvli eritmada xromni aniqlash usulini tavsiflaydi. Bu charmning umumiy xrom tarkibini tahlil qilish; u birikmaga xos emas yoki uning oksidlanish darajasiga xos emas.

Ushbu usul xromni induktiv bog'langan plazma (ICP) orqali aniqlashni tavsiflaydi va xrom oksidi miqdori 1 mg / kg dan ortiq bo'lishi kutilayotgan charmlarga qo'llaniladi. Tahlil qilinadigan eritmani tayyorlashning ikkita texnikasi kiritilgan. Bahs yuzaga kelganda, nam oksidlanish texnikasidan foydalanish mo'ljallangan.

2 Standartlarga havolalar

Quyidagi havola qilingan hujjatlar ushbu standartni qo'llash uchun ajralmas hisoblanadi. Sanasi ko'rsatilgan havolalar uchun faqat keltirilgan nashr qo'llaniladi. Sanasi ko'rsatilmagan havolalar uchun havolali hujjatning so'nggi nashri (shu jumladan har qanday o'zgartirishlar) qo'llaniladi.

ISO 2418 Charm. 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 Charm. Kimyoviy sinovlar. Kimyoviy sinov namunalarini tayyorlash (Leather. Chemical tests. Preparation of chemical test samples)

ISO 4047 Charm. sulfatlangan umumiy kul va sulfatlangan suvda erimaydigan kulni aniqlash (Determination of sulphated total ash and sulphated water-insoluble ash)

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

ISO 11885 Suv sifati. Tanlangan elementlarni induktiv bog'langan plazma optik emissiya spektrometriyasi (ICP-OES) orqali aniqlash (Water quality. Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES))

ISO 17294-2 Suv sifati. Induktiv bog'langan plazma massa spektrometriyasini qo'llash (ICP-MS). 2-qism. Tanlangan elementlarni, shu jumladan uran izotoplarini aniqlash (Water quality. Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes).

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: mavjud <https://www.iso.org/obp>

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

3.1 xrom oksidi tarkibi

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

1-Izoh: Xrom oksidi tarkibi quruq moddaga asoslangan holda massa bo'yicha foizlarda ifodalanadi.

4 Tamoyil

Charm tarkibida mavjud bo'lgan xrom olti valentli holatda eriydi, so'ngra yodometrik titrlash orqali eritma tahlil qilinadi.

5 Namuna olish va namuna tayyorlash

ISO 2418 ga muvofiq namuna oling va charmni ISO 4044 ga muvofiq tayyorlang. Agar ISO 2418 ga muvofiq namuna olish imkoni bo'lmasa (poyabzal yoki kiyim-kechak kabi tayyor mahsulot charmlarida bo'lgani kabi), namuna olish haqidagi ma'lumotlar sinov bayonnomasi bilan birgalikda ko'rsatilishi kerak.

6 Reaktivlar

Nam oksidlanish usuli uchun kamida analitik darajaga ega kimyoviy moddalar qo'llanilishi kerak. Ultrasof kislota mikroto'liqinli pechda ishlov berish uchun ishlatilishi kerak. Suv ISO 3696 ga muvofiq 3-darajali bo'lishi kerak. Barcha eritmalar suvli eritmalaridir.

6.1 Azot kislotasi, taxminan 70 %.

6.2 Sulfat kislota, konsentrlangan (98 %) va perxlorik kislota (60 % dan 70 % gacha, hajmi bo'yicha 1:3 nisbatda aralashtiriladi.

6.3 Xromning tijorat eritmasi, masalan, 1 000 mg/l.

7 Qurilma

Odatiy laboratoriya apparati talab qilinadi va, xususan, quyidagilar.

7.1 500 ml hajmdagi maydalangan shisha tiqinli konussimon kolba.

7.2 ISO 11885 da tavsiflanganidek induktiv bog'langan plazma-optik emissiya spektrometri (ICP-OES).

7.3 ISO 17294-2 da tavsiflanganidek induktiv bog'langan plazma/mass spektrometri (ICP-MS).

7.4 Shisha tolali (GFC) yoki membrana tipidagi filtrlar yordamida filtrlash moslamasi.

7.5 To'qnashuvga qarshi granularlar (yoki shunga o'xshash) (ho'l oksidlanish usuli).

7.6 Hajmi 50 ml va 250 ml bo'lgan volumetrik kolba.

8 Usul

8.1 Analitik eritma tayyorlash

8.1.1 Nam oksidlanish usuli

OGOHLANTIRISH - Perxlorik kislotaning charm bilan portlovchi reaksiyasi mumkinligi sababli, birinchi navbatda nitrat kislota qo'shilishi shart.

Tayyorlangan charmdan 2 g 0,001 g aniqlikda torting. Iloji bo'lsa, ikkita aniqlashni bajaring.

Charm massasini konussimon kolbaga (7.1) aniq torting (5-bandga qarang). 10 ml nitrat kislota qo'shing (6.1) va 2 min turishga ruxsat bering. 15 ml aralash sulfat/perxlorik kislota (6.1.2) va bir nechta zarbaga qarshi granularlar (7.5) 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 yoki haroratni pasaytiring. Rangni to'liq o'zgartirgandan so'ng, kamida 2 min davomida sekin qizdiring. 5 min davomida havoda sovib turing va taxminan 200 ml ga suyultiring. Xlorni yo'qotish uchun 10 min qaynatib oling.

Sulfat/perxlorik kislota aralashmasidan foydalanish alohida kislotalardan foydalanishga afzallik beriladi, chunki u faqat perxlorik kislotaning tasodifiy ishlatilishini oldini oladi.

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

Analitik eritmani 250 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkazing va distillangan suv bilan hajmini to'ldiring, yaxshilab aralashtiring.

Nam oksidlanish usuli bilan tahlil qilish afzalroq ICP-OES bilan amalga oshirilishi kerak, chunki ICP-MS bilan aralashish xavfi mavjud.

8.1.2 Mikroto'liqlikda ishlov berish yoki boshqa ishlov berish usuli

Tahlil uchun namuna mikroto'liqlikda ishlov berish (MAD) yoki boshqa tasdiqlangan ishlov berish usullarini qo'llash orqali ham tayyorlanishi mumkin. Agar undan foydalanish kerak bo'lsa, protsedura va namuna miqdori moslashtirilishi kerak. Tayyorlangan charmdan 0,1 g dan 1 g gacha 0,001 g aniqlikda torting. Iloji bo'lsa, ikkita aniqlashni bajaring.

8.2 Suvli eritmani o'lchash

8.2.1 Umumiy qoidalar

ICP asbobini (7.2) yoki (7.3) asbobning barcha parametrlarini sozlash uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga rioya qilish orqali tayyorlang. Tegishli uskuna sozlamalari misoli uchun B ilovasiga qarang.

8.2.2 Kalibrlash grafigini tayyorlash

Standart mos yozuvlar eritmalaridagi kislota konsentratsiyasi namunadagi bilan bir xil bo'lishini ta'minlash orqali ISO 11885 yoki ISO 17294-2 ga muvofiq xromning standart eritmalarini tayyorlang. Kalibrlash uchun kamida to'rtta standart nazorat eritmasini va kalibrlash blankini tayyorlang.

8.2.3 Sinov eritmasini tahlil qilish

Bu eritmani (8.1.1) filtrlashdan keyin to'g'ridan-to'g'ri tahlil qilish mumkin (7.4).

Tekshiriluvchi eritmani aspiratsiya qiling va standart kalibrlash egri chizig'idan foydalanib eritmadagi xrom konsentratsiyasini aniqlang.

Izoh - Agar kalibrlash spektrofotometr xotirasida saqlanib qolsa, u holda bevosita konsentratsiya nuqtai nazaridan o'qishni berish mumkin.

Agar konsentratsiya kalibrlash standartlari oralig'ida bo'lmasa, 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

Charm tarkibidagi xrom oksidi miqdorini, w_{Cr} ni (1 kg) milligramm (mg/kg) formulasidan foydalanib hisoblang:

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

Bu yerda

p - 8.2.3-bandda aniqlangan xrom konsentratsiyasi, mililitrda mikrogramda ($\mu\text{g/ml}$);

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

m_0 - charmning asl massasi, gramm (g);

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

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

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

Bu yerda ISO 4684 ga muvofiq uchuvchi moddalar tarkibi (A ilovaga qarang), massa bo'yicha foizda.

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

10 Sinov bayonnomasi

Sinov bayonnomasida quyidagilar bo'lishi kerak:

a) ushbu standartga havola, ya'ni ISO 5398-4;

b) charm tavsifi;

c) namunani tayyorlash, ishlov berish turi va o'lchash uchun qo'llaniladigan usulga havola;

d) charm tarkibidagi uchuvchi moddalar miqdori, foizda;

e) olingan natijalar, kilogramm boshiga milligramda (mg/kg);

f) tavsiflangan tartib-taomillardan har qanday og'ishlar tafsilotlari.

A ilova

(ma'lumot uchun)

Suv va boshqa uchuvchi moddalarni aniqlash

Charmlarning uchuvchi moddalari miqdori ISO 4684 ga muvofiq aniqlanadi. Charm tarkibidagi uchuvchi moddalar miqdori xromni aniqlash uchun tayyorlangan maydalangan charm namunasidan aniqlanadi. Ho'l charmlar ISO 4684 bo'yicha uchuvchi moddalar tarkibini aniqlashdan oldin quritiladi. Dastlabki quritish paytida massa yo'qolishi ISO 4684 bo'yicha quritishdan keyin massa yo'qotilishiga qo'shiladi.

B ilova
(ma'lumot uchun)

Tegishli ICP uskunalari

Quyida tavsiya etilgan sozlamalar mavjud; ammo, ICP ishlab chiqaruvchilari mavjud bo'lganda ishlatilishi kerak bo'lgan xrom uchun o'zlarining tavsiya etilgan sozlamalariga ega. Qo'shimcha ma'lumot uchun ICP-OES uchun ISO 11885 va ICPMS uchun ISO 17294-2 ga qarang.

Plazma argon oqimi:	15 l/min
Yordamchi argon oqimi:	0,5 l/min
Nebulizer argon oqimi:	0,8 l/min
Quvvat: Gaz:	1 300 Vt
Namuna oqim tezligi:	Argon 4.6
Namuna chaqnash tezligi:	1,3 ml/min
Takrorlaydi:	4,0 ml/min
Eng yuqori algoritmlar:	3
Tepalik maydoni, 2 ball fon tuzatish bilan 3 ball	

Spektrometrik o'lchovlarni o'tkazishdan oldin spektrometrni ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga muvofiq 1,0 mg/l Mn ²⁺ (o'q ko'rinish mash'alasi) aspiratsiya qilish orqali o'rnating. Aspiratsiya va plazma holatini optimallashtirish (aspiratsiya tezligi, mash'al modulining holati).

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

Bibliografik ma’lumotlar

SUT 59.140.30