МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17226-3— 2014

КОЖА

Химическое определение содержания формальдегида

Часть 3

Метод определения выделения формальдегида из кожи

(ISO 17226–3:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстиль», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. №45-2014)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдовастандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2014 г. № 2114-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17226-3—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17226-3:2011 Chemical determination of formaldehyde content — Part 3 — Determination of formaldehyde emissions from leather (Кожа. Химическое определение содержания формальдегида. Часть 3. Определение выделения формальдегида из кожи)

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия — идентичная (IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в связи с особенностями построения межгосударственной системы стандартизации.

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОЖА

Химическое определение содержания формальдегида

Часть 3

Метод определения выделения формальдегида из кожи

Leather. Chemical determination of formaldehyde content. Part 3
Method for determination of formaldehyde emissions from leather

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения выделения формальдегида из кожи, основанный на высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Метод избирателен и позволяет также наблюдать выделение других низкомолекулярных альдегидов и кетонов.

Настоящий стандарт рассматривает выделение формальдегида в газовую фазу, поэтому его результаты не сравнимы с результатами методов, основанных на экстракции водой, которые описаны в ISO 17226-1 и ISO 17226-2.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте используются ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 2418:2002 Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location (Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Определение местоположения образца)

ISO 2419:2012 Leather — Physical and mechanical tests — Sample preparation and conditioning (Кожа. Физические и механические испытания. Подготовка образцов и кондиционирование)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use. Specification and test method (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO 4684:2005 Leather — Chemical tests — Determination of volatile matter (Кожа. Химические испытания. Определение содержания летучих веществ)

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип

Образец для испытаний определенных размеров помещают над деминерализованной водой в герметизированном сосуде и выдерживают определенный период времени при постоянной температуре. После этого сосуд охлаждают и анализируют формальдегид, поглощенный водой. Воду смешивают с 2.4-динитрофенилгидразином, с которым альдегиды и кетоны вступают в реакцию, образуя соответствующие гидразоны. Эти соединения разделяют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с обращенными фазами, детектируют УФ-детектором на длине волны 360 нм и определяют количество.

Издание официальное

4 Реактивы

Используют только реактивы квалификации «ч.д.а», если не установлено другое. Вода должна иметь степень чистоты 3 в соответствии с ISO 3696. Все растворы являются водными.

4.1 Реактивы для исходного раствора формальдегида

4.1.1 Формальдегида раствор, приблизительно 37 %-ная массовая доля.
4.1.2 Йода раствор, 0,05 моль/л, т.е. 12,68 г йода/л.
4.1.3 Гидрооксида натрия раствор, 2,0 моль/л.
4.1.4 Серной кислоты раствор, 2,0 моль/л.
4.1.5 Тиосульфата натрия раствор, 0,1 моль/л.
4.1.6 Крахмала раствор, 1 %, т.е. 1 г на 100 мл воды.

4.2 Реактивы для метода ВЭЖХ

4.2.1 Динитрофенилгидразина (DNPH) раствор, содержащий 0,3 г DNPH (2,4-динитрофенилгидразина), растворенного в 100 мл концентрированной ортофосфорной кислоты (85 %-ная массовая доля); (DNPH перекристаллизовывают из 25 %-ной по массовой доле раствора ацетонитрила в воде).
4.2.2 Ацетонитрил.

5 Аппаратура

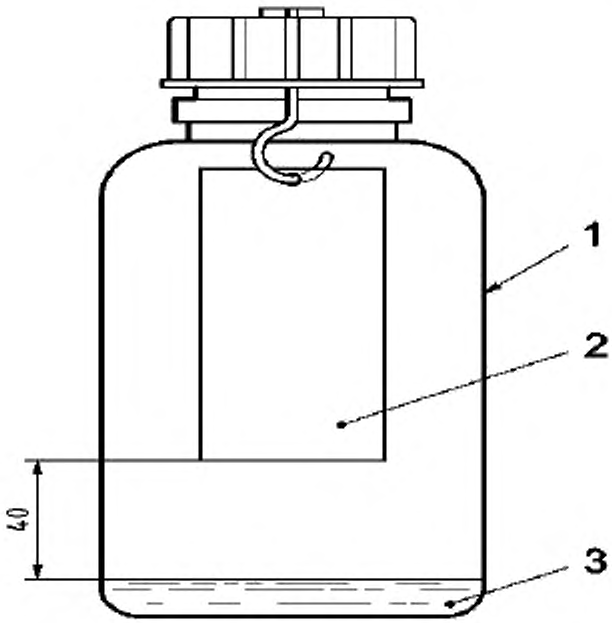
Используют обычное лабораторное оборудование:
5.1 Сосуд однолитровый из полиэтилена с крючком, прикрепленным к крышке (см. рисунок 1). Крючок, изготовленный из нержавеющей стали, с уплотнением, установленный внутри крышки сосуда, предназначенного для испытаний.
5.2 Колбы мерные, емкостью 10, 500 и 1000 мл.
5.3 Колбы Эрленмейера (конические колбы), емкостью 100 и 250 мл.
5.4 Пипетки, емкостью 5 и 50 мл.
5.5 Термостат, способный поддерживать температуру (60 ± 2) °С.
5.6 Аналитические весы, взвешивающие с точностью до 1 мг.
5.7 Система ВЭЖХ с ультрафиолетовым детектированием, например, 360 нм.
5.8 Резак в соответствии с ISO 2419, пригодный для вырезания образцов для испытаний (100x40) мм.
5.9 Дырокол для проворачивания отверстий диаметром от 3 до 4 мм.
5.10 Мембранный фильтр, полиамид, 0,45 мкм.

6 Методы

6.1 Процедура определения формальдегида в исходном растворе

6.1.1 Подготовка исходного раствора формальдегида

В мерную колбу (см. 5.2) емкостью 1000 мл, в которой находится около 100 мл воды, с помощью пипетки вносят 5 мл раствора формальдегида (см. 4.1.1). Затем колбу заполняют до отметки деминерализованной водой. Этот раствор является исходным раствором формальдегида.



1 – сосуд из полиэтилена; *2* – образец; *3* – вода

Рисунок 1 – Сосуд из полиэтилена с образцом и водой

6.1.2 Определение

Переносят пипеткой 10 мл этого раствора в колбу Эрленмейера (см. 5.3) емкостью 250 мл и смешивают с 50 мл раствора йода (см. 4.1.2). Добавляют гидрооксид натрия (см. 4.1.3) до появления желтой окраски. Далее выдерживают эту смесь в течение (15 ± 1) мин при температуре между 18 °С и 26 °С, а затем добавляют 15 мл серной кислоты (см. 4.1.4) при постоянном перемешивании

После добавления 2 мл раствора крахмала (см. 4.1.6) титруют избыток йода тиосульфатом натрия (см. 4.1.5) до изменения цвета. Проводят три параллельных определения. Таким же образом титруют по крайней мере два контрольных раствора.

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

где ρ_{FA} – концентрация формальдегида в исходном растворе в миллиграммах на 10 мл (мг/10 мл);

V_0 – объем раствора тиосульфата для титрования контрольного раствора в миллилитрах (мл);

V_1 – объем раствора тиосульфата для титрования испытываемого раствора в миллилитрах (мл);

M_{FA} – относительная молекулярная масса формальдегида, 30,02 г/моль;

c_1 – концентрация раствора тиосульфата, в молях на литр (моль/литр).

6.2 Процедура определения выделения формальдегида методом ВЭЖХ

6.2.1 Транспортировка и хранение кожи для этого метода

Чтобы избежать перекрестного загрязнения и потери формальдегида в процессе транспортировки и хранения, образцы кожи должны быть изолированы в инертном газонепроницаемом пластиковом контейнере.

Примечание – Наиболее подходящими являются контейнеры из многослойного полиэтилена с металлическими прослойками.

6.2.2 Отбор образцов

Подготавливают шесть образцов для испытаний размером (100х40) мм, выбирая их в соответствии со стандартом ISO 2418, и используют для их приготовления резак (см. 5.8) в соответствии с ISO 2419. Пять из этих образцов используют для определения выделения формальдегида. Шестой образец для испытаний используют для определения летучего вещества.

Для прикрепления первых пяти образцов проделывают отверстие диаметром от 3 до 4 мм около центра и на расстоянии 10 мм от верхнего края в каждом образце.

6.2.3 Определение летучего вещества

Если требуется рассчитать результат исходя из сухого вещества, используют шестой образец для определения летучего вещества в соответствии с ISO 4684. Этот образец не измельчают и не режут.

6.2.4 Определение выделения формальдегида

Взвешивают пять образцов с точностью до 0,01 г.

Вносят с помощью пипетки по 50 мл деминерализованной воды в каждый однолитровый полиэтиленовый сосуд, который должен быть чистым и сухим. Прикрепляют каждый образец к крючку и герметизируют все пять сосудов.

6.2.4 Определение выделения формальдегида

Взвешивают пять образцов с точностью до 0,01 г.

Вносят с помощью пипетки по 50 мл деминерализованной воды в каждый однолитровый полиэтиленовый сосуд, который должен быть чистым и сухим. Прикрепляют каждый образец к крючку и герметизируют все пять сосудов.

Вносят с помощью пипетки по 50 мл деминерализованной воды в дополнительный чистый однолитровый полиэтиленовый сосуд. Герметизируют сосуд без образца для испытаний. Используют этот сосуд для контрольного испытания.

Сразу же после того, как сосуды будут герметизированы, их выдерживают (180 ± 15) мин в термостате при температуре (60 ± 2) °С.

Вынимают сосуды из термостата и охлаждают при комнатной температуре приблизительно 1 час. Затем удаляют образцы кожи из сосудов и немедленно анализируют формальдегид, поглощенный водой, как описано в п. 6.2.5.

6.2.5 Реакция с DNPH

4 мл раствора ацетонитрила (см. 4.2.2), 5 мл аликвоты воды из полиэтиленового сосуда (см. 5.1) и 0,5 мл раствора DNPH (см. 4.2.1) переносят пипеткой в мерную колбу (см. 5.2) емкостью 10 мл. Содержимое колбы доводят до отметки деминерализованной водой и быстро перемешивают вручную. Затем выдерживают по крайней мере 60 мин, но не более 180 мин. После фильтрования через мембранный фильтр (см. 5.10) анализируют образец с использованием ВЭЖХ. Если концентрация выходит за пределы градуировочной кривой, уменьшают объем аликвоты

6.2.6 Условия ВЭЖХ

Указанные условия являются только рекомендательными. Используемый метод необходимо проверять, определяя воспроизводимость.

Хроматографическую систему необходимо проверять каждый день, предпочтительно используя образец, содержащий 2 мг формальдегида/л, чтобы определить воспроизводимость. Содержание образца следует определять в соответствии с процедурой, описанной для калибровки.

Расход: 1,0 мл/мин

Подвижная фаза: ацетонитрил/вода, 60:40

Разделительная колонка: колонка С18 с обращенной фазой с предколонкой (1 см, RP18)

Длина волны детектирования (УФ): 360 нм

Объем вводимой пробы: 20 мкл

6.2.7 Калибровка ВЭЖХ

0,5 мл исходного раствора формальдегида, полученного по 6.1.1, с точно известным содержанием формальдегида переносят пипеткой в мерную колбу (см. 5.2) емкостью 500 мл, содержащую приблизительно 100 мл воды. Перемешивают, доводят до метки водой и перемешивают опять. Этот раствор является стандартным раствором для целей калибровки, т.е. стандартный раствор содержит приблизительно 2 мкг формальдегида/мл.

В каждую из шести мерных колб (см. 5.2) емкостью 10 мл переносят 4 мл ацетонитрила (см. 4.2.2), затем добавляют в них 0,25, 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 5,0 мл, соответственно, стандартного раствора. Сразу же после добавления раствора формальдегида каждую колбу взбалтывают и добавляют 0,5 мл раствора DNPH (см. 4.2.1). Доводят содержание колбы до метки деминерализованной водой и пере-

мешивают. По крайней мере через 60 мин, но не более чем через 180 мин, анализируют образцы после фильтрования через мембранный фильтр (см. 5.10), используя ВЭЖХ. Калибровка сводится к построению графика зависимости площадей пиков производных формальдегида от концентрации в мг/мл.

6.2.8 Расчет содержания формальдегида в образце кожи

$$w_{FA} = \frac{(A_{sample} - A_{blank}) \times 10}{m \times b} \times D$$

где w_{FA} – количество выделенного формальдегида в миллиграммах на килограмм (мг/кг);

A_{sample} – площадь пика образца кожи, определенная ВЭЖХ с УФ-детектированием;

A_{blank} – площадь пика контрольного образца, определенная ВЭЖХ с УФ-детектированием;

b – наклон калибровочной кривой (10 мл/мг);

D – коэффициент разведения в миллилитрах (мл), обычно 1, разведение необходимо, если определенная площадь образца выходит за пределы калибровочной кривой;

m – масса кожи в граммах (г).

7 Представление результатов

Выражают концентрацию формальдегида с точностью до 0,1 мг/кг, исходя из массы исследованного образца кожи.

Если результаты приводят, исходя из сухого вещества, результат умножают на коэффициент 100/(100 – w), где w – содержание влаги, выраженное в процентах в соответствии с ISO 4684. Если результаты представлены на основе сухого вещества, это должно быть четко указано в протоколе испытаний.

Если отдельное значение отличается более чем на 20 % от среднего значения, испытывают два дополнительных образца.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) тип, происхождение и обозначение проанализированного образца кожи;

c) среднюю величину выделения формальдегида в миллиграммах на килограмм, с точностью до 0,1 мг/кг;

d) если требуется, среднюю величину выделения формальдегида в миллиграммах на килограмм, с точностью до 0,1 мг/кг, рассчитанную по сухому веществу и летучему веществу в процентах;

e) количество испытанных образцов;

f) любые отклонения от аналитической процедуры, в частности, любые дополнительные предпринятые действия;

g) дату испытаний;

h) если результаты определены на основе сухого вещества, должен быть зарегистрирован этот факт и описано сухое вещество

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 2418:2002	-	*
ISO 2419:2012	-	*
ISO 3696:1987	-	*
ISO 4684:2005	-	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует.		

УДК 675.014.04:006.354 МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, образец, определение формальдегида, жидкостная хроматография

Подписано в печать 30.03.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1240

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru