ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 16373-3— 2016

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Красители

Часть 3

Метод определения некоторых канцерогенных красителей (метод с использованием смеси триэтиламина с метанолом)

(ISO 16373 3:2014, Textiles — Dyestuffs — Part 3: Method for the determination of certain carcinogenic dyestuffs (method using triethylamine/methanol), IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстильная и легкая промышленность», открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 июня 2016 г. № 676-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16373-3:2014 «Текстиль. Красители. Часть 3. Метод определения некоторых канцерогенных красителей (метод с использованием смеси триэтиламина с метанолом)» (ISO 16373-3:2014 «Textiles — Dyestuffs — Part 3: Method for the determination of certain carcinogenic dyestuffs (method using triethylamine/methanol)», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе национальных стандартов Российской Федерации

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Термины и определения . . . 1
3 Сущность метода . . . 1
4 Меры предосторожности . . . 2
5 Аппаратура . . . 2
6 Реактивы . . . 2
7 Отбор проб и подготовка образца для испытания . . . 3
8 Порядок проведения испытания . . . 3
9 Протокол испытания . . . 4
Приложение А (справочное) Хроматографический анализ . . . 5
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 20

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Красители

Часть 3

Метод определения некоторых канцерогенных красителей (метод с использованием смеси триэтиламина с метанолом)

Textiles. Dyestuffs. Part 3. Method for the determination of certain carcinogenic dyestuffs (method using triethylamine/methanol)

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод выявления и количественного определения в текстильных материалах, окрашенных, набивных или с покрытием, канцерогенных красителей, приведенных в таблице 1, посредством хроматографического анализа их экстрактов.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

2.1 **текстильный материал** (textile): Ткань, трикотажное полотно и пр., обычно предназначенные для изготовления одежды или используемые в производстве мебели, которые образованы переплетением обладающих определенным сцеплением волокон и нитей.

Примечание — К текстильным могут быть отнесены определенные виды нетканых материалов.

2.2 **канцерогенный краситель** (carcinogenic dyestuff): Краситель, который можно отнести к канцерогенным веществам.

3 Сущность метода

Краситель окрашенного образца для испытаний экстрагируют растворителем в ультразвуковой ванне в установленных условиях. Экстракт анализируют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектором [ВЭЖХ/ДМД (HPLC/DAD)] или высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометром [ВЭЖХ/МС (HPLC /MS)].

Таблица 1 — Перечень канцерогенных красителей

C.I. Общее название	Номер по CAS	C.I. Номер по составу
C.I. Основный красный 9	569–61–9	42500
C.I. Дисперсный оранжевый 11	82–28–0	60700
C.I. Дисперсный желтый 3	2832–40–8	11855

Издание официальное

Окончание таблицы 1

C.I. Общее название	Номер по CAS	C.I. Номер по составу
C.I. Кислотный красный 114	6459–94–5	23635
C.I. Кислотный красный 26	3761–53–3	16150
C.I. Прямой черный 38	1937–37–7	30235
C.I. Конго красный 28	573–58–0	22120
C.I. Дисперсный синий 1	2475–45–8	64500
C.I. Основный фиолетовый 14	632–99–5	42510
C.I. Прямой синий 6	2602–46–2	22610
C.I. Прямой коричневый 95	16071–86–6	30145

4 Меры предосторожности

4.1 Общие положения

Предупреждение — Красители, на которые распространяется настоящий стандарт, относятся к веществам, известным (или предполагаемым) как канцерогены для человека.

4.2 Обращение

При обращении с такими веществами или их утилизации необходимо обеспечить строгое соблюдение всех мер, предусмотренных национальным регламентом по безопасности и охране здоровья.

Пользователь несет ответственность за обязательное применение средств защиты и соблюдение техники безопасности при обращении с подобными веществами в процессе проведения испытаний данным методом. Необходимо консультироваться с изготовителем используемых веществ относительно конкретных вопросов, например получения информации по безопасности материалов и специальных рекомендаций.

Необходимо иметь соответствующий практический опыт работы в лаборатории. Следует обязательно носить защитные очки в лаборатории и пользоваться индивидуальным респиратором при работе с порошковыми красителями.

5 Аппаратура

5.1 Ультразвуковая ванна, обеспечивающая нагрев до температуры (50 ± 5) °С и поддержание этой температуры, с выходной мощностью 40 Вт, генерированной частотой 42 кГц, или эквивалентная.

5.2 Змеевиковый холодильник для применения в химическом анализе.

5.3 Ротационный вакуумный испаритель, обеспечивающий работу при максимальной мощности испарения воды 25 $см^3$/мин, или равноценный.

5.4 Круглодонная колба объемом 200 $см^3$.

5.5 Пипетки объемом 1 и 10 $см^3$.

5.6 Мерная колба объемом 10, 100 $см^3$ и 1 $дм^3$.

5.7 Система ВЭЖХ и ДМД или МС.

5.8 Пробирка объемом 100 $см^3$ с силиконовой пробкой.

Примечание — Подробное описание оборудования для ВЭЖХ приведено в приложении А.

5.9 Весы аналитические с разрешением до 0,001 г.

6 Реактивы

При отсутствии особых указаний используют химические вещества аналитической чистоты.

6.1 Ацетонитрил.

6.2 Метанол.

6.3 Гексан.

6.4 0,25%-ный раствор триэтиламина в метаноле, который получают растворением 2,5 $см^3$ триэтиламина в метаноле и доведением до 1 $дм^3$.

6.5 Водный раствор 10 ммоль/$дм^3$ ацетата аммония, который получают растворением 0, 77 г ацетата аммония в воде и доведением до 1 $дм^3$.

6.6 Используют канцерогенные красители только аналитической чистоты, самой высокой чистоты на рынке, или красители, которые производят в контролируемых условиях в Европе под контролем Евросоюза в качестве стандартных красителей.

6.7 Для получения стандартного раствора канцерогенных красителей берут навеску каждого канцерогенного красителя, взвешенную точно в диапазоне от 1 до 10 мг, и количественно переносят в мерную колбу объемом 10 $см^3$, затем доводят до объема метанолом (6.2) для приготовления стандартного раствора в диапазоне от 100 до 1000 мкг/$см^3$.

Стандартный раствор можно разбавлять, чтобы получить четыре раствора известных концентраций, необходимых для построения градуировочной кривой. В качестве примера можно рекомендовать диапазон концентраций стандартных растворов для градуировочной кривой от 1 до 100 мкг/$см^3$.

7 Отбор проб и подготовка образца для испытания

7.1 Общие положения

Образец для испытания отбирают на основе следующих критериев:

- подробное описание текстильного материала;
- характеристика волокон (сырьевой состав);
- красящие вещества.

Подготавливают образец массой не более 1,0 г, разрезая лабораторную пробу на мелкие кусочки площадью не более 1 $см^2$. Определяют массу образца с точностью до 0,01 г и записывают как m_E (8.2).

8 Порядок проведения испытания

8.1 Экстракция

8.1.1 Очистка образца

При необходимости удаляют масло, смазку или другие жирные вещества с поверхности испытуемого образца, замочив его в 100 $см^3$ гексана (6.3) на 5 мин в ультразвуковой ванне (5.1) при температуре окружающей среды.

Извлекают образец и сушат.

8.1.2 Экстрагирование красителя

Помещают образец массой 1,0 г в пробирку объемом 100 $см^3$. Добавляют 100 $см^3$ 0,25%-ного раствора триэтиламина в метаноле (6.4) и закупоривают пробирку силиконовой пробкой. Нагревают пробирку в ультразвуковой ванне до достижения температуры (50 ± 2) °С и поддерживают эту температуру в течение 3 ч.

8.1.3 Концентрация экстракта и подготовка раствора для анализа

Переносят экстракт, полученный по 8.1.2, в круглодонную колбу объемом 200 $см^3$ (5.4), помещают колбу в ротационный вакуумный испаритель (5.3) и держат на водяной бане при температуре (40 ± 2) °С, пока вся жидкость не испарится.

Растворяют остаток в 1 $см^3$ метанола. Фильтруют раствор через политетрафторэтиленовый (ПТФЭ) фильтр 0,45 мкм. Если результат измерения будет выше верхней границы откалиброванного диапазона хроматографа, снова разбавляют раствор метанолом.

8.2 Выявление, идентификация и количественное определение канцерогенных красителей

Детектирование канцерогенных красителей можно выполнить посредством хроматографического анализа, используя прибор, указанный в 5.7. Если канцерогенные красители идентифицируют сравнением с пиками эталонных канцерогенных красителей, количественное определение выполняют по градуировочной кривой, которая построена как минимум по четырем точкам, полученным в результате анализа ВЭЖХ раствора стандартов (6.7), а коэффициент корреляции линейной кривой должен быть равен 0,99 в диапазоне концентраций от 1 до 100 мкг/$см^3$. Количественное определение выполняют

методом ВЭЖХ/ДМД. Если обнаружено большое количество посторонних веществ, рекомендуется для идентификации и количественного определения использовать метод ВЭЖХ/МС.

Концентрацию канцерогенного красителя вычисляют как массовую долю образца w, мкг/г, по формуле

$$w = \frac{\rho_c \cdot V}{m_E}, \quad (1)$$

где ρ_c — интерполированная концентрация канцерогенного красителя, мкг/см^3;

V — конечный объем раствора, приготовленного по 8.1.2, см^3;

m_E — масса образца, г.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

a) ссылка на настоящий стандарт;

b) вид, происхождение и обозначение образца (составляющей образца, если применимо);

c) метод детектирования и метод количественного определения;

d) результаты, представленные как концентрация и предел обнаружения для каждого из канцерогенных красителей, мкг/г;

e) любое отклонение от данного метода.

Приложение А
(справочное)

Хроматографический анализ

А.1 Хроматографический анализ. Общие положения

Поскольку лабораторные приборы в разных лабораториях могут быть различными, для хроматографического анализа невозможно предоставить общих инструкций. Поэтому были успешно испытаны и использованы следующие параметры (см. рисунки А.1 — А.14 и таблицу А.1).

А.2 Высокоэффективная жидкостная хроматография/диодно-матричный детектор (ВЭЖХ/ДМД)

Таблица А.1 — Условия анализа ВЭЖХ/ДМД

Элюент 1:	10 ммоль/дм^3 ацетат аммония
Элюент 2:	ацетонитрил
Колонка	Inertsil ODS-3, 150 × 3,0 мм, 5 мкм
Скорость потока:	0,8 см^3/мин
Градиент Временная программа	Время, мин Концентрации элюента 2, % старт 5 30 60 40 60 40,1 5 50 5
Температура колонки:	45 °С
Вводимый объем (пробы):	5,0 мм^3
Определение:	ДМД
Количественный анализ:	540 нм (для основного красного 9) 480 нм (для дисперсного оранжевого 11) 350 нм (для дисперсного желтого 3) 510 нм (для кислотного красного 114) 510 нм (для кислотного красного 26) 600 нм (для прямого черного 38) 500 нм (для конго красного 28)
Примечание — Можно использовать колонки равноценного качества.	

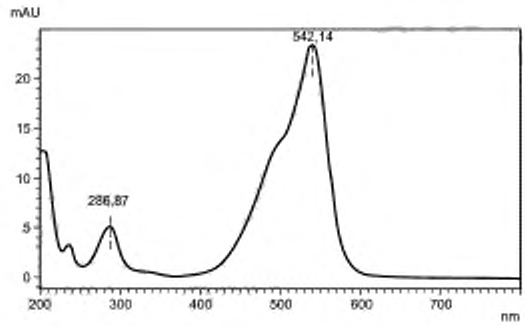

Рисунок А.1 — УФ-спектр основного красного 9

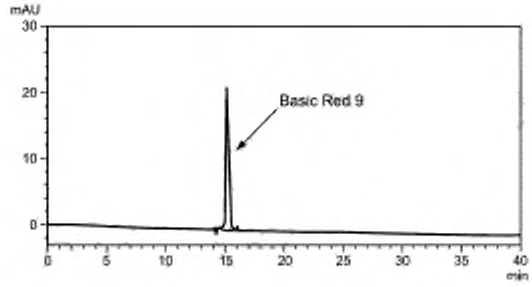

Рисунок А.2 — Хроматограмма ВЭЖХ/ДМД (основный красный 9), детектирование при длине волны 540 нм

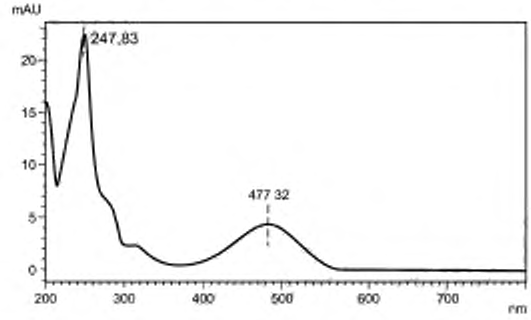

Рисунок А.3 — УФ-спектр дисперсного оранжевого 11

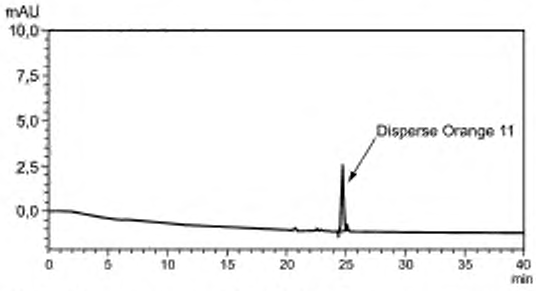

Рисунок А.4 — Хроматограмма ВЭЖХ/ДМД (дисперсный оранжевый 11), детектирование при длине волны 480 нм

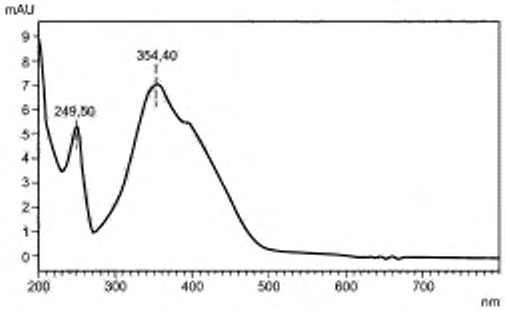

Рисунок А.5 — УФ-спектр дисперсного желтого 3

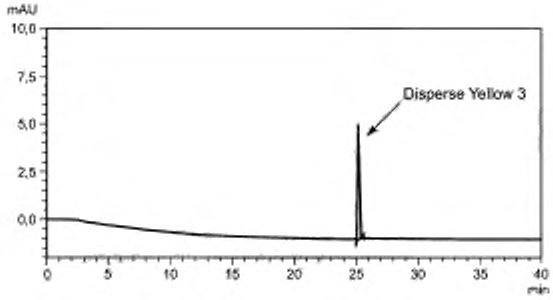

Рисунок А.6 — Хроматограмма ВЭЖХ/ДМД (дисперсный желтый 3), детектирование при длине волны 350 нм

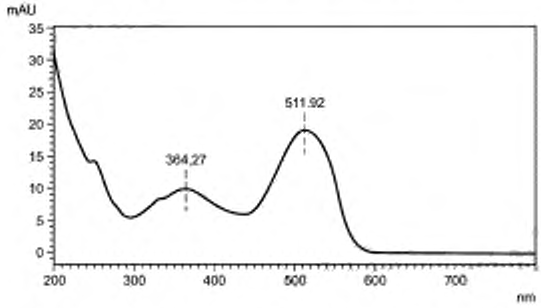

Рисунок А.7 — УФ-спектр кислотного красного 114

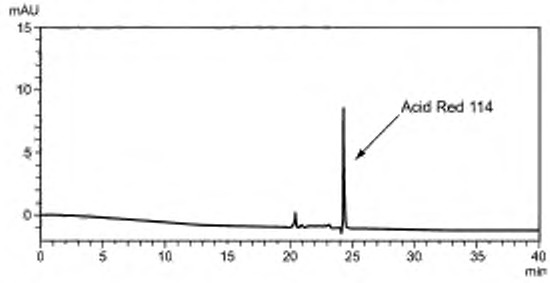

Рисунок А.8 — Хроматограмма ВЭЖХ/ДМД (кислотный красный 114), детектирование при длине волны 510 нм

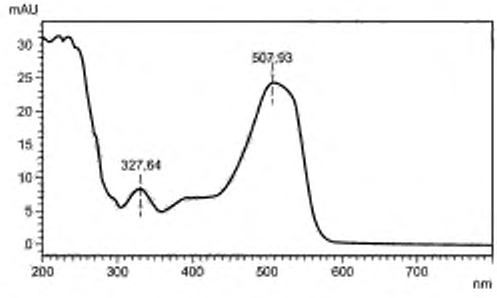

Рисунок А.9 — УФ-спектр кислотного красного 26

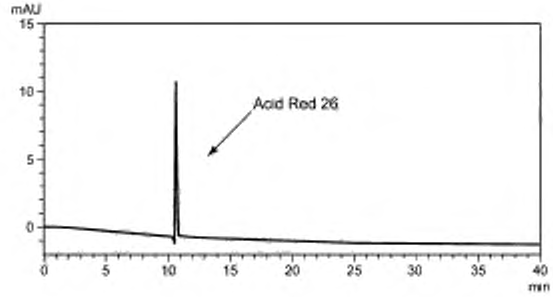

Рисунок А.10 — Хроматограмма ВЭЖХ/ДМД (кислотный красный 114), детектирование при длине волны 510 нм

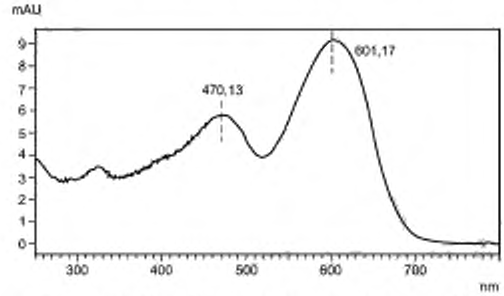

Рисунок А.11 — УФ-спектр прямого черного 38

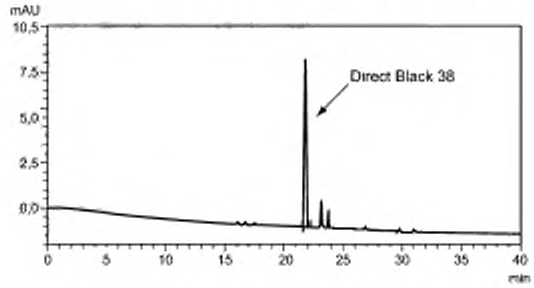

Рисунок А.12 — Хроматограмма ВЭЖХ/ДМД (прямой черный 38), детектирование при длине волны 600 нм

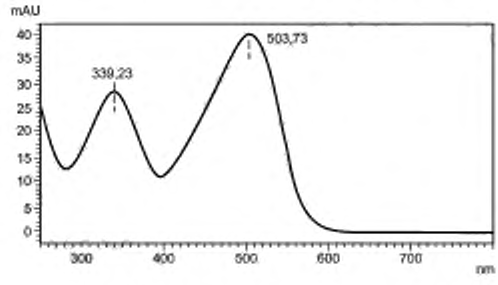

Рисунок А.13 — УФ-спектр конго красного 28

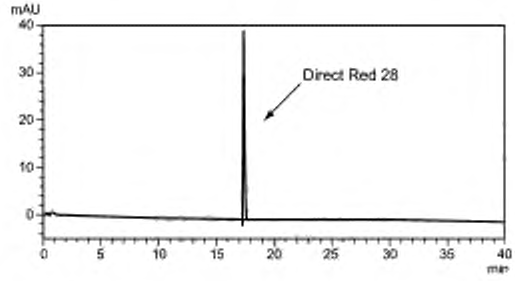

Рисунок А.14 — Хроматограмма ВЭЖХ/ДМД (конго красный 28), детектирование при длине волны 500 нм

А.3 Высокоэффективная жидкостная хроматография/масс-спектрометрический детектор (ВЭЖХ/МС)

А.3.1 Метод ЖХ/МС SIM (мониторинг избранных ионов) (см. рисунки А.15 — А.28 и таблицу А.2).

Таблица А.2 — Условия анализа ВЭЖХ/МС

Элюент 1:	10 ммоль/дм^3 ацетат аммония
Элюент 2:	ацетонитрил
Колонка	Inertsil ODS-3, 150 × 3,0 мм, 5 мкм
Скорость потока:	0,8 см^3/мин
Градиент Временная программа	Время, мин Концентрации элюента 2, % старт 5 30 60 40 60 40,1 5 50 5
Температура колонки:	45 °С
Вводимый объем (пробы):	5,0 мм^3
Детектирование:	квадрупольный или масс-спектрометрический детектор с ловушкой ионов метод SIM масс-спектрометрический
Ионизация:	метод ESI (ионизация электрораспылением) и детектирование положительного/отрицательного иона
Канал текущего контроля:	положительный Q1 m/z 288 (для основного красного 9) положительный Q1 m/z 238 (для дисперсного оранжевого 11) положительный Q1 m/z 270 (для дисперсного желтого 3) отрицательный Q1 m/z 785 (для кислотного красного 114) отрицательный Q1 m/z 435 (для кислотного красного 26) положительный Q1 m/z 738 (для прямого черного 38) положительный Q1 m/z 653 (для конго красного 28)
Подводимое напряжение:	5 000 В
Температура спрея:	500 °С
Примечание — Можно использовать колонки равноценного качества.	

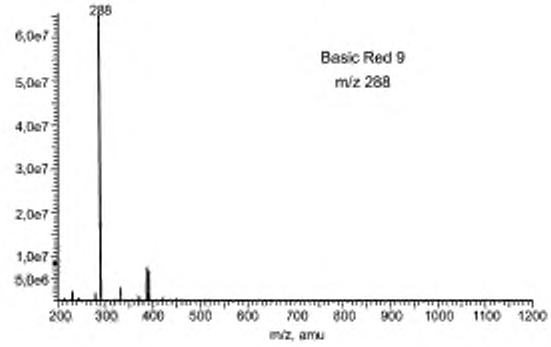

Рисунок А.15 — Масс-спектр основного красного 9

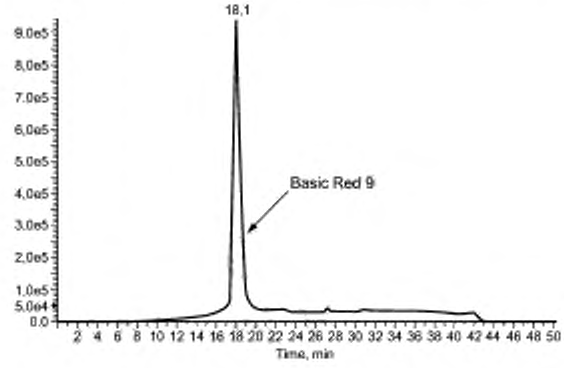

Рисунок А.16 — SIM-хроматограмма основного красного 9

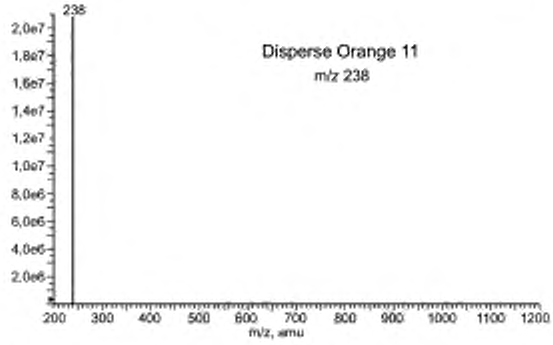

Рисунок А.17 — Масс-спектр дисперсного оранжевого 11

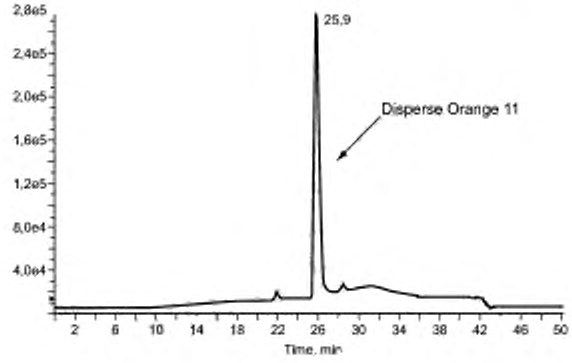

Рисунок А.18 — SIM-хроматограмма дисперсного оранжевого 11

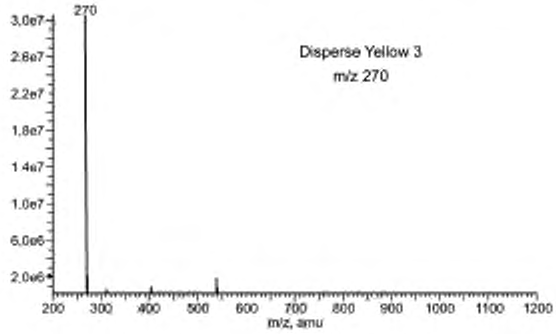

Рисунок А.19 — Масс-спектр дисперсного желтого 3

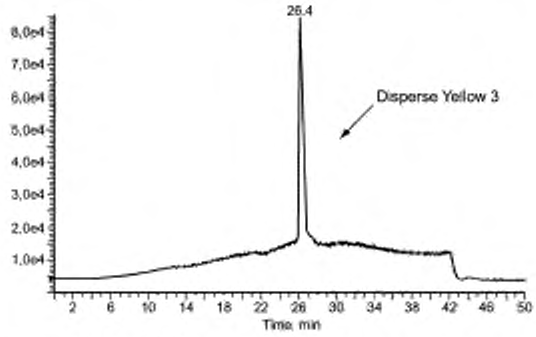

Рисунок А.20 — SIM-хроматограмма дисперсного желтого 3

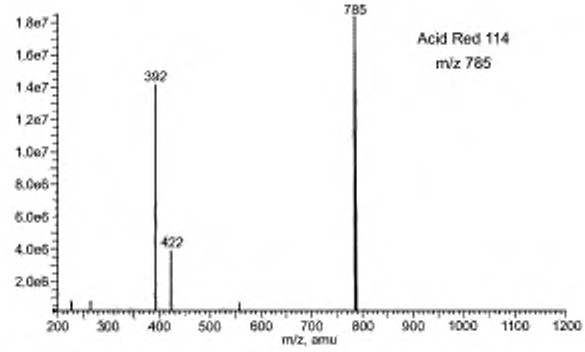

Рисунок А.21 — Масс-спектр кислотного красного 114

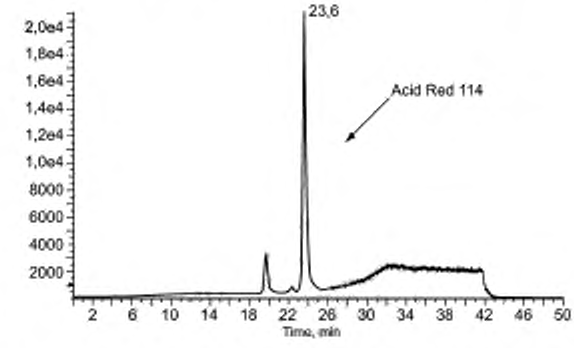

Рисунок А.22 — SIM-хроматограмма кислотного красного 114

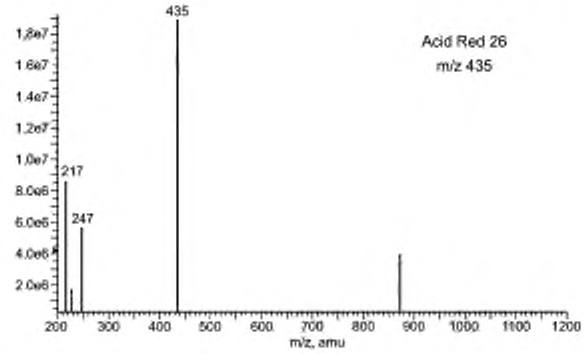

Рисунок А.23 — Масс-спектр кислотного красного 26

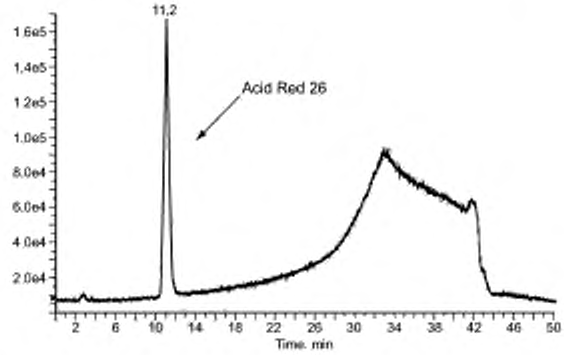

Рисунок А.24 — SIM-хроматограмма кислотного красного 26

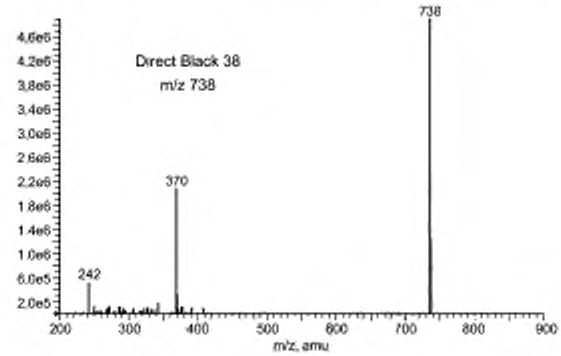

Рисунок А.25 — Масс-спектр прямого черного 38

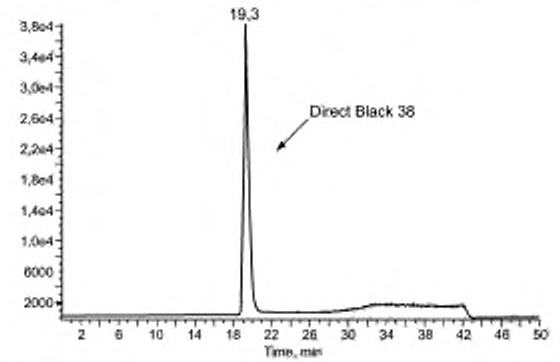

Рисунок А.26 — SIM-хроматограмма прямого черного 38

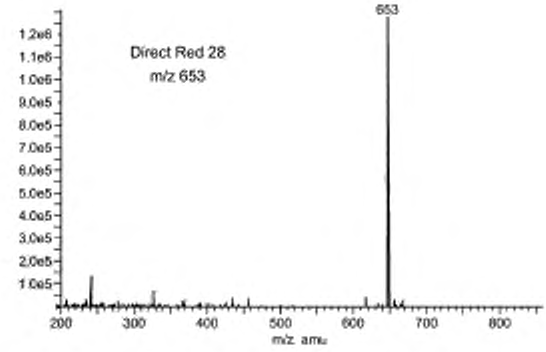

Рисунок А.27 — Масс-спектр конго красного 28

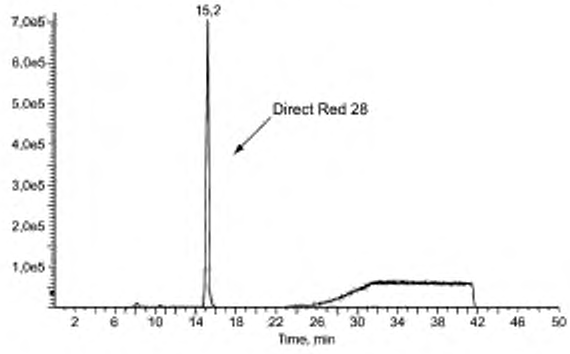

Рисунок А.28 — SIM-хроматограмма конго красного 28

А.4 Метод ЖХ/МС/МС SRM (множественный селективный мониторинг реакций) (см. рисунки А.29 — А.42 и таблицу А.3).

Таблица А.3 — Условия анализа ЖХ/МС/МС SRM

Элюент 1:	10 ммоль/дм^3 ацетат аммония
Элюент 2:	ацетонитрил
Колонка	Inertsil ODS-3, 150 мм × 3,0 мм, 5 мкм
Скорость потока:	0,8 см^3/мин
Градиент Временная программа	Время (мин) Концентрации элюента 2, % старт 5 30 60 40 60 40,1 5 50 5
Температура колонки:	45 °С
Вводимый объем (пробы):	5,0 мм^3
Детектирование:	квадрупольный тандемного типа или масс-спектрометрический детектор с ловушкой ионов метод SRM масс-спектр дочерних ионов

Окончание таблицы А.3

Ионизация:	метод ионизации электрораспылением ESI и детектирование положительного / отрицательного иона
Канал мониторинга	положительный Q1 m/z 288 → Q3 m/z 195 для основного красного 9 (энергия соударений: 43 эВ) положительный Q1 m/z 238 → Q3 m/z 167 для дисперсного оранжевого 11 (энергия соударений: 49 эВ) положительный Q1 m/z 270 → Q3 m/z 150 для дисперсного желтого 3 (энергия соударений: 23 эВ) отрицательный Q1 m/z 435 → Q3 m/z 355 для кислотного красного 26 (энергия соударений: −36 эВ) отрицательный Q1 m/z 785 → Q3 m/z 302 для кислотного красного 114 (энергия соударений: −36 эВ) положительный Q1 m/z 738 → Q3 m/z 274 для прямого черного 38 (энергия соударений: 65 эВ) положительный Q1 m/z 653 → Q3 m/z 353 для конго красного 28 (энергия соударений: 45 эВ)
Подведенное напряжение:	5 000 В
Температура спрея:	500 °С
Распыляющий газ:	азот
Энергия распыления:	30 эВ
Примечание — Можно использовать колонки равноценного качества.	

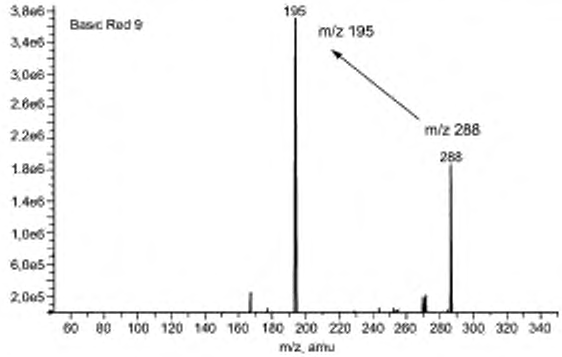

Рисунок А.29 — Масс-спектр дочерних ионов основного красного 9

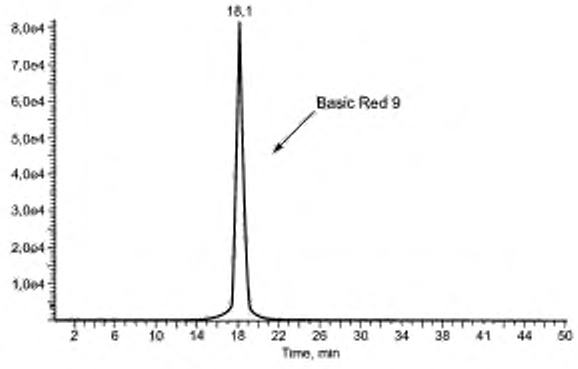

Рисунок А.30 — SRM-хроматограмма основного красного 9

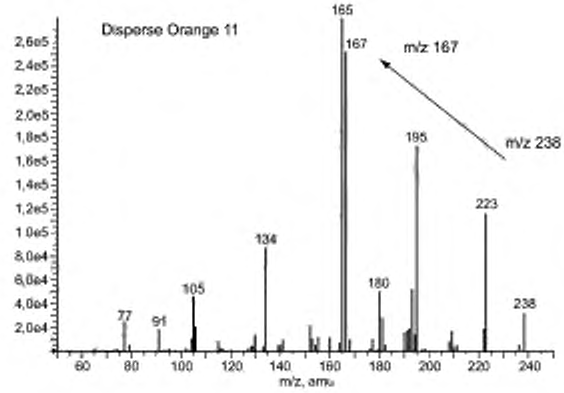

Рисунок А.31 — Масс-спектр дочерних ионов дисперсного оранжевого 11

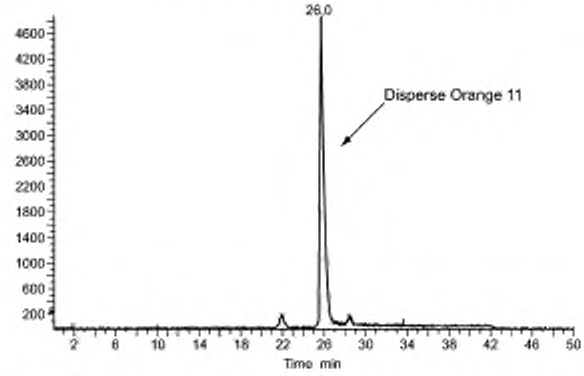

Рисунок А.32 — SRM-хроматограмма дисперсного оранжевого 11

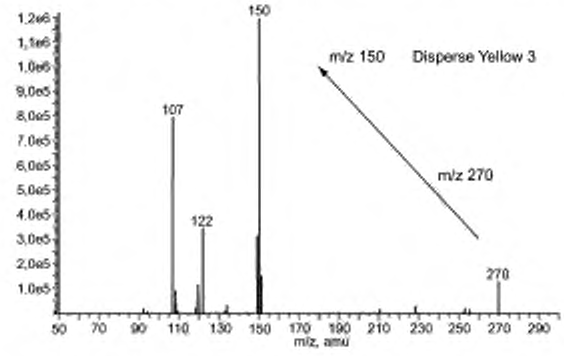

Рисунок А.33 — Масс-спектр дочерних ионов дисперсного желтого 3

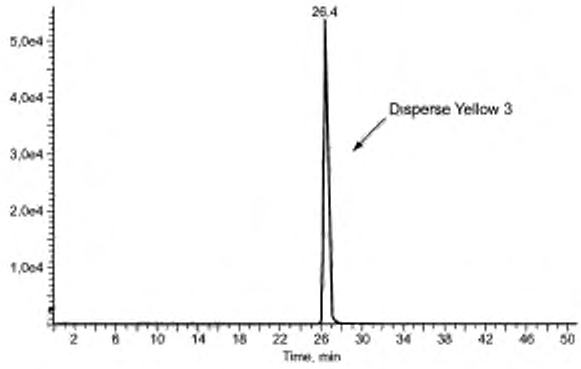

Рисунок А.34 — SRM-хроматограмма дисперсного желтого 3

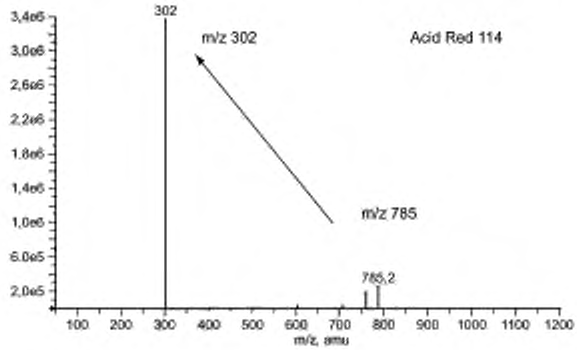

Рисунок А.35 — Масс-спектр дочерних ионов кислотного красного 114

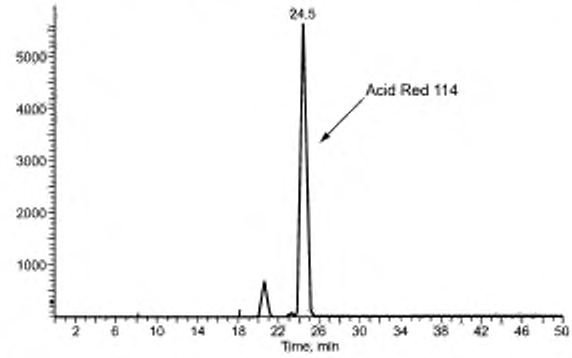

Рисунок А.36 — SRM-хроматограмма кислотного красного 114

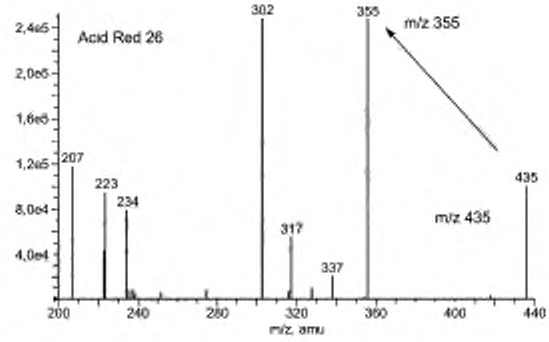

Рисунок А.37 — Масс-спектр дочерних ионов кислотного красного 26

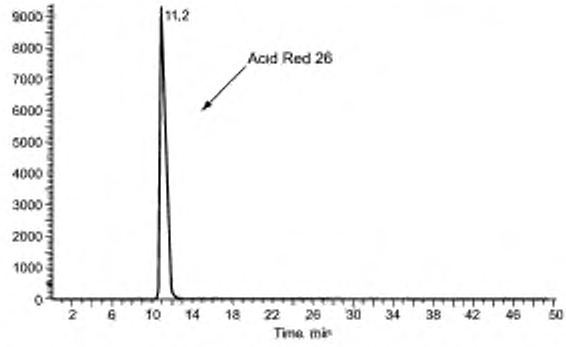

Рисунок А.38 — SRM-хроматограмма кислотного красного 26

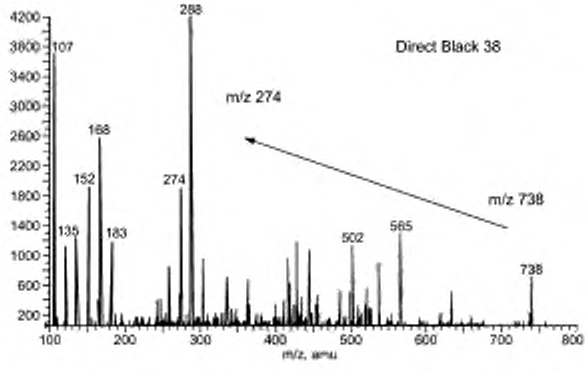

Рисунок А.39 — Масс-спектр дочерних ионов прямого черного 38

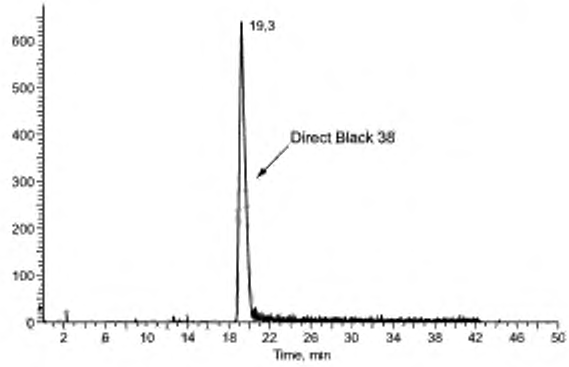

Рисунок А.40 — SRM-хроматограмма прямого черного 38

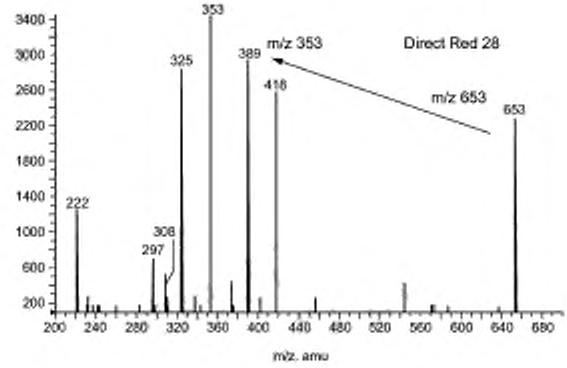

Рисунок А.41 — Масс-спектр дочерних ионов конго красного 28

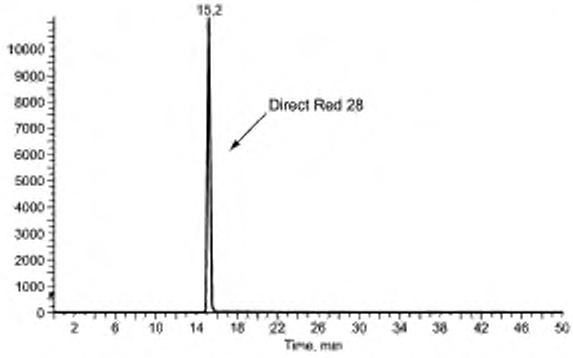

Рисунок А.42 — SRM-хроматограмма конго красного 28

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

В.1 Подготовка пробы

Пробы для межлабораторных испытаний, приготовленные на основе канцерогенных красителей, приведены в таблице В.1.

Таблица В.1 — Пробы для межлабораторных испытаний

№	Тип красителя	Вид сырья текстильного материала	Вид текстильного материала	Концентрация красителя, %
1	Кислотный красный 114	Шерстяной	Тканый	0,2
2	Кислотный красный 114	Полиамидный	Тканый	1,0
3	Кислотный красный 26	Шерстяной	Тканый	0,2
4	Кислотный красный 26	Полиамидный	Тканый	1,0
5	Дисперсный желтый 3	Полиамидный	Тканый	1,0
6	Дисперсный оранжевый 11	Полизфирный	Тканый	1,0
7	Основный красный 9	Акриловый	Тканый	1,0

В.2 Лаборатории-участники

Участники испытаний были из Японии, Китая, Германии, Италии, Португалии, Соединенного Королевства и Турции. Количество участвующих лабораторий: Япония — 5, Китай — 1, Германия — 1, Италия — 1, Португалия — 1, Соединенное Королевство — 1 и Турция — 1.

В.3 Результаты испытаний

Данные представляют экстракты в мг/кг. Повторяемость и воспроизводимость приведены в каждой таблице (см. таблицы В.2 — В.8).

Таблица В.2 — Результаты межлабораторного испытания на кислотном красном 114, 0,2 % (шерсть)

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
A	124	117,8	121	120,9	3,1	9,6
B	123	122	191	145,3	39,6	1 564,3
C	43,7	33,7	43,3	40,2	5,7	32,1
D	140,8	146	131,2	139,3	7,5	56,4
A	124	117,8	121	120,9	3,1	9,6
B	123	122	191	145,3	39,6	1 564,3
C	43,7	33,7	43,3	40,2	5,7	32,1
D	140,8	146	131,2	139,3	7,5	56,4
G	143	146	151	146,7	4,0	16,3
H	102,6	110	107,1	106,6	3,7	13,9

Окончание таблицы В.2

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
Среднее				146,8	8,3	180,0
Внутрилабораторная дисперсия				—	—	1 800,0
Дисперсия воспроизводимости				—	—	180,0
Межлабораторная дисперсия				—	—	5 529,3
Дисперсия воспроизводимости				—	—	5 709,2
Стандартное отклонение повторяемости				13,4		
Стандартное отклонение воспроизводимости				75,6		
Коэффициент изменчивости повторяемости				9,1 %		
Коэффициент изменчивости воспроизводимости				51,5 %		

Таблица В.3 — Результаты межлабораторного испытания на кислотном красном 114, 1,0 % (полиамид)

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
A	2 774,6	2 136	2 377,2	2 429,3	263,3	103 985,7
B	2 315	2 507	2 221	2 347,7	119,0	21 249,3
C	1 568,9	1 341,5	1 611,2	1 507,2	118,4	21 039,7
D	3 265,9	3 832,7	3 488,7	3 529,1	233,1	81 539,7
E	4 820,4	4 019,2	4 231	4 356,9	339,0	172 362,2
F	10 500	10 400	10 500	10 466,7	47,1	3 333,3
E	3 720	3 883,2	3 775,2	3 792,8	67,8	6 890,9
F	2 962,3	3 098,5	2 870,6	2 977,1	93,6	13 149,6
G	3 136	3 018	3 242	3 132,0	91,5	12 556,0
H	1 007,6	1 024,3	909,1	980,3	50,8	3 875,4
Среднее				3 551,9	142,4	43 998,2
Внутрилабораторная дисперсия				—	—	439 981,8
Дисперсия воспроизводимости				—	—	43 998,2
Межлабораторная дисперсия				—	—	6 947 936,8
Дисперсия воспроизводимости				—	—	6 991 935,0
Стандартное отклонение повторяемости				209,8		
Стандартное отклонение воспроизводимости				2 644,2		
Коэффициент изменчивости повторяемости				5,9 %		
Коэффициент изменчивости воспроизводимости				74,4 %		

Таблица В.4 — Результаты межлабораторного испытания на кислотном красном 26, 0,2 % (шерсть)

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
A	49	54,8	50	51,3	2,53	9,6
B	72	59	87	72,7	11,44	196,3
C	62,4	66,2	68,6	65,7	2,55	9,8
D	64,5	64,1	62,3	63,6	0,96	1,4
E	65,6	65,7	70,7	67,3	2,38	8,5
F	105	105	105	105,0	0,00	0,0
E	70,2	76	71,8	72,7	2,45	9,0
F	57	61,1	63,9	60,7	2,83	12,0
G	82	81	90	84,3	4,03	24,3
H	106,9	111,1	100,7	106,2	4,27	27,4
Среднее				75,0	3,3	29,8
Внутрилабораторная дисперсия				—	—	298,3
Дисперсия воспроизводимости				—	—	29,8
Межлабораторная дисперсия				—	—	335,1
Дисперсия воспроизводимости				—	—	365,0
Стандартное отклонение повторяемости				5,5		
Стандартное отклонение воспроизводимости				19,1		
Коэффициент изменчивости повторяемости				7,3 %		
Коэффициент изменчивости воспроизводимости				25,5 %		

Таблица В.5 — Результаты межлабораторного испытания на кислотном красном 26, 1,0 % (полиамид)

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
A	5 515,3	5 295,7	5 876,2	5 562,4	239,3	85 908,9
B	5 028	3 994	4 059	4 360,3	472,86	335 390,3
C	6 826,2	5 294,7	5 908,7	6 009,9	629,31	594 049,1
D	6 349,8	6 400,1	6 488,3	6 412,7	57,24	4 915,3
E	4 992,1	5 006,8	5 064,1	5 021,0	31,06	1 447,2
F	6 950	6 940	6 870	6 920,0	35,59	1 900,0
E	6 433,5	6 489,3	6 457,4	6 460,1	22,86	783,7
F	6 409,9	6 498,7	6 317,6	6 408,7	73,94	8 200,3
G	8 134	7 405	7 382	7 640,3	349,20	182 912,3
H	4 630,6	4 497,9	4 826,4	4 651,6	134,93	27 309,9
Среднее				5 944,7	204,6	124 281,7
Внутрилабораторная дисперсия				—	—	1 242 817,0

Окончание таблицы В.5

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
Дисперсия воспроизводимости				—	—	124 281,7
Межлабораторная дисперсия				—	—	1 079 136,5
Дисперсия воспроизводимости				—	—	1 203 418,2
Стандартное отклонение повторяемости				352,5		
Стандартное отклонение воспроизводимости				1 097,0		
Коэффициент изменчивости повторяемости				5,9 %		
Коэффициент изменчивости воспроизводимости				18,5 %		

Таблица В.6 — Результаты межлабораторного испытания на дисперсном желтом 3, 1,0 % (полиамид)

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
A	2 362	3 814	2 861	3 012	738	544 252,3
B	4 900	4 400	4 300	4 533	321	103 333,3
F	2 070	1 930	1 930	1 977	81	6 533,3
K	776	706	—	741	49	2 450,0
L	2 012	1 784	1 795	1 864	129	16 532,3
M	3 848	3 530	—	3 689	225	50 562,0
Среднее				2 636,0	257,2	120 610,6
Внутрилабораторная дисперсия				—	—	723 663,3
Дисперсия воспроизводимости				—	—	120 610,6
Межлабораторная дисперсия				—	—	1 894 510,8
Дисперсия воспроизводимости				—	—	2 015 121,3
Стандартное отклонение повторяемости				347,3		
Стандартное отклонение воспроизводимости				1 419,5		
Коэффициент изменчивости повторяемости				13,2 %		
Коэффициент изменчивости воспроизводимости				53,9 %		

Таблица В.7 — Результаты межлабораторного испытания на дисперсном оранжевом 11, 1,0 % (полиэфир)

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
A	356	1 440	354	716,7	626,4	392 409,3
B	754	754	756	754,7	1,2	1,3
F	173	164	102	146,3	38,7	1 494,3
K	316	293	327	312,0	17,4	301,0
L	222	248	203	224,3	22,6	510,3

Окончание таблицы В.7

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
M	160	172	—	166,0	8,5	72,0
Среднее				386,7	119,1	65 798,1
Внутрилабораторная дисперсия				—	—	394 788,3
Дисперсия воспроизводимости				—	—	65 798,1
Межлабораторная дисперсия				—	—	76 541,0
Дисперсия воспроизводимости				—	—	142 339,1
Стандартное отклонение повторяемости				256,5		
Стандартное отклонение воспроизводимости				377,3		
Коэффициент изменчивости повторяемости				66,3 %		
Коэффициент изменчивости воспроизводимости				97,6 %		

Таблица В.8 — Результаты межлабораторного испытания на основном красном 9, 1,0 % (акрил)

Лаборатория	Данные (n = 3), мг/кг			Среднее	Стандартное отклонение	Дисперсия
	1	2	3			
A	3,6	33,0	3,8	13,5	16,9	286,6
B	9,6	8,1	7,0	8,2	1,3	1,8
F	1,0	1,5	1,3	1,3	0,3	0,1
K	1,5	6,8	4,7	4,3	2,7	7,1
L	10,2	12,6	16,6	13,1	3,2	10,5
M	2,4	2,8	—	2,6	0,3	0,1
Среднее				7,2	52,6	51,0
Внутрилабораторная дисперсия				—	—	307,5
Дисперсия воспроизводимости				—	—	44,8
Межлабораторная дисперсия				—	—	7 380,8
Дисперсия воспроизводимости				—	—	7 425,6
Стандартное отклонение повторяемости				6,7		
Стандартное отклонение воспроизводимости				86,2		
Коэффициент изменчивости повторяемости				93,4 %		
Коэффициент изменчивости воспроизводимости				1 201,9 %		

УДК 677.014.252:006.354 ОКС 59.080.01

Ключевые слова: текстильные материалы, канцерогенные красители, экстракция, смесь триэтиламина с ментолом, жидкостная хроматография, определение, метод, расчет, протокол

Редактор *И.В. Гоголь*
Корректор *Г.В. Яковлева*
Компьютерная верстка *Ю.В. Половой*

Сдано в набор 27.06.2016. Подписано в печать 18.07.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,10. Тираж 25 экз. Зак. 1911.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru gost.e-ecolog.ru

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru istinfo.ru

gost.e-ecolog.ru