ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 18218-2— 2017

КОЖА

Определение содержания этоксилированных алкилфенолов

Часть 2

Косвенный метод

(ISO 18218-2:2015, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (АО «ВНИИС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Продукция текстильной и легкой промышленности»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 мая 2017 г. № 373-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 18218-2:2015 «Кожа. Определение содержания этоксилированных алкилфенолов. Часть 2. Косвенный метод» (ISO 18218-2:2015 «Leather — Determination of ethoxylated alkylphenols — Part 2: Indirect method», IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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, 2017

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Аппаратура и материалы 2
5 Реактивы 2
6 Отбор проб и подготовка образцов 3
7 Калибровка 4
8 Расчет 5
9 Протокол испытания 6
Приложение А (справочное) Приготовление трииодида алюминия 7
Приложение В (справочное) Пример ВЭЖХ-хроматограмм 8
Приложение С (справочное) Пример ГХ-МС-хроматограмм 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА

Определение содержания этоксилированных алкилфенолов

Часть 2

Косвенный метод

Leather. Determination of ethoxylated alkylphenols. Part 2. Indirect method

Дата введения — 2018—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения алкилфенолов (нонилфенола и октилфенола) и этоксилатов алкилфенолов (этоксилата нонилфенола и этоксилата октилфенола) в коже и вспомогательных веществах технологического процесса, используемых для обработки кожи. Данный анализ базируется на высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) или газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС).

Анализ этоксилатов алкилфенолов проводят разложением этоксилата алкилфенола и измерением выделяемого алкилфенола.

Примечание — ИСО 18218-1 и настоящий стандарт используют для экстракции этоксилированных алкилфенолов различные растворители. Вследствие этого предполагается, что данные аналитические методы будут выявлять аналогичные тенденции, но не обязательно давать одинаковые абсолютные результаты по содержанию этоксилированных алкилфенолов в коже.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок используют только указанное издание, для недатированных — последнее издание стандарта, включая все изменения и поправки к нему.

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

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

ISO 4044, Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples (Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний)

3 Сущность метода

Образец кожи экстрагируют в ацетонитриле, используя ультразвуковую ванну. Нонилфенол (НФ) и/или октилфенол (ОФ) в экстракте количественно определяют с помощью ВЭЖХ или ГХ-МС.

Вспомогательные вещества, используемые при обработке кожи, растворяют в ацетонитриле и количественно определяют НФ или ОФ в растворе с помощью ВЭЖХ или ГХ-МС.

Этоксилат нонилфенола (ЭНФ) и этоксилат октилфенола (ЭОФ) в экстракте или растворе сначала преобразуют в НФ или ОФ, используя триодид алюминия в качестве расщепляющего агента, а затем НФ и ОФ определяют с помощью ВЭЖХ или ГХ-МС. Содержание ЭНФ и ЭОФ рассчитывают путем приведения к $ЭНФ_9$ и $ЭОФ_{10}$ соответственно. Образцы четырех анализируемых веществ приведены в таблице 1.

Издание официальное

Таблица 1 — Анализируемые вещества, определяемые этим методом

Анализируемое вещество	Эмпирическая формула	Аббревиатура	CAS[1] №
4-нонилфенол (смесь изомеров)	C_9H_{19}-C_6H_4-OH	НФ	84852—15—3
4-трет-октилфенол	C_8H_{17}-C_6H_4-OH	ОФ	140 — 66 —9
Этоксилат нонилфенола	C_9H_{19}-C_6H_4-$(OC_2H_4)_n$OH ($n \approx 9$)	$ЭНФ_9$	9016—45—9
Этоксилат октилфенола	C_8H_{17}-C_6H_4-$(OC_2H_4)_n$OH ($n \approx 10$)	$ЭОФ_{10}$	9002—93—1
[1] CAS — Химическая реферативная служба (Chemical Abstract Service).			

4 Аппаратура и материалы

Требуется обычная лабораторная аппаратура и указанная ниже.

4.1 Аналитические весы с точностью взвешивания до 1 мг.

4.2 Ультразвуковая ванна (40 ± 2) кГц, с регулируемым нагревом, способная поддерживать температуру (50 ± 5) °С.

4.3 Делительные воронки 150 $см^3$.

4.4 Ротационный испаритель с термостатом и вакуумной системой.

4.5 Мембранный фильтр из полиамида, 0,45 мкм.

4.6 Высокоэффективный жидкостной хроматограф (ВЭЖХ), оборудованный детектором с диодной матрицей (ДМД) или флуоресцентным детектором (ФЛД).

4.7 Газовый хроматограф (ГХ), оборудованный масс-селективным детекторм (МС).

4.8 Фильтровальная бумага быстрой фильтрации для количественного анализа.

5 Реактивы

Если не определено другое, используют реактивы аналитической степени чистоты.

5.1 Ацетонитрил для ВЭЖХ.

5.2 *н*-Гексан.

Примечание — Изогексан использовать нельзя.

5.3 Триодид алюминия, поступающий в продажу или приготовленный в соответствии с приложением А.

5.4 Раствор серной кислоты 0,5 моль/$дм^3$.

5.5 Раствор тиосульфата натрия, насыщенный при комнатной температуре.

5.6 Безводный сульфат магния ($MgSO_4$) для анализа.

5.7 Безводный сульфат натрия (Na_2SO_4) как осушитель для анализа. Если это не полностью обезвоженный порошок, его необходимо обработать при температуре 800 °С в течение 4 ч и в дальнейшем хранить в сухом виде.

Примечание — Могут быть использованы другие подходящие осушители.

5.8 Раствор хлорида натрия, насыщенный при комнатной температуре.

5.9 Раствор НФ (в таблице 1) для калибровки, 1000 мг/$дм^3$ в *н*-гексане.

5.10 Раствор ОФ (в таблице 1) для калибровки, 1000 мг/$дм^3$ в *н*-гексане.

5.11 Раствор ЭОФ (в таблице 1) для калибровки, 2000 мг/$дм^3$ в ацетонитриле. Данный раствор разводят в ацетонитриле (5.1), если применяют калибровку.

5.12 Раствор ЭНФ (в таблице 1) для калибровки, 4000 мг/$дм^3$ в ацетонитриле. Этот раствор разводят в ацетонитриле (5.1), если применяют калибровку.

5.13 Раствор 4n-НФ (4n-НФ, CAS № 104-40-5) 1000 мг/$дм^3$ в ацетонитриле. Может быть использован 4n-НФ как внутренний стандарт для ГХ-МС анализа. Данный раствор разводят в ацетонитриле (5.1), если используют кривую внутренней калибровки.

5.14 Дистиллированная или деионизованная вода по ИСО 3696:1987, степень чистоты 3.

6 Отбор проб и подготовка образцов

6.1 Подготовка образцов кожи

6.1.1 Отбор проб и подготовка образцов

По возможности отбор проб проводят по ИСО 2418. Если отбор по ИСО 2418 невозможен (например, кожу берут из готовых изделий, подобных обуви или одежде), подробности порядка отбора проб приводят в протоколе испытаний. С проб кожи должны быть удалены остатки клея.

Пробы кожи измельчают или нарезают на мелкие кусочки по ИСО 4044, получая таким образом образцы для испытания.

6.1.2 Экстракция образца

Приблизительно 2,5 г образца кожи (6.1.1) с точностью до 10 мг аккуратно взвешивают в колбу Эрленмейера, смешивают приблизительно с 3 г Na_2SO_4 (5.7). Затем в колбу добавляют (50,0 ± 1) $см^3$ аликвоты ацетонитрила (5.1) и закрывают колбу пробкой.

Для ГХ-МС анализа используют внутренний стандарт. В колбу добавляют 100 $мм^3$ аликвоты раствора 4n-НФ (5.13) и доводят окончательную концентрацию до 2,0 мг/$дм^3$.

Помещают колбу в ультразвуковую водяную баню (4.2) и экстрагируют при (50 ± 5) °С в течение (60 ± 5) мин. Затем охлаждают колбу до комнатной температуры.

Фильтруют экстракты через фильтровальную бумагу быстрой фильтрации (4.8) для удаления кожи и частиц соли. Для анализа собирают не менее 30 $см^3$ фильтрата, как указано в 6.4 и 6.5.

6.2 Подготовка образцов вспомогательных веществ, используемых при обработке кожи

Приблизительно 0,5 г образца вспомогательного вещества с точностью до 10 мг аккуратно взвешивают в колбу, тщательно смешивают с приблизительно 2 г $MgSO_4$ (5.6). Затем используют ацетонитрил (5.1), приблизительно 3×7 $см^3$, чтобы растворить пробу встряхиванием со стеклянными стержнями. Затем фильтруют экстракты через фильтровальную бумагу для количественного анализа. Если экстракты содержат нерастворимый материал, их центрифугируют. Собирают экстракты в 50 $см^3$ мерные колбы и доводят их содержимое до метки ацетонитрилом.

Для анализа ГХ-МС используют внутренний стандарт. В колбу добавляют 100 $мм^3$ аликвоты раствора 4n-НФ (5.13) и доводят окончательную концентрацию до 2,0 мг/$дм^3$.

6.3 Контрольное определение

Обрабатывают контрольный образец таким же образом, как и анализируемый, но заменяют анализируемый образец соответствующим количеством ацетонитрила.

6.4 Определение НФ и ОФ

Для ВЭЖХ анализа используют экстракты образцов (6.1.2) или (6.2) непосредственно после фильтрования через полиамидную мембрану (4.5).

Для ГХ-МС анализа добавляют 10,0 $см^3$ экстракта образца (6.1.2) или (6.2) в делительную воронку (4.3). Вслед за этим добавляют приблизительно 20 $см^3$ воды (5.14) и 1 $см^3$ раствора серной кислоты (5.4). Экстрагируют эту смесь с использованием приблизительно 2×20 $см^3$ *н*-гексана (5.2), отделяют и собирают органическую фазу. После этого промывают экстракт *н*-гексана с использованием 30 $см^3$ воды, удаляют водный слой и обезвоживают органический слой с помощью приблизительно 5 г Na_2SO_4 (5.7). Удаляют органический растворитель с помощью ротационного испарителя (4.4) при температуре около 50 °С. Повторно растворяют остатки в (10,0 ± 0,1) $см^3$ *н*-гексана (5.2), и после фильтрования через полиамидную мембрану (4.5) раствор готов для проведения ГХ-МС анализа.

Примечание — Если органическую фазу невозможно легко отделить в делительной воронке после обработки *н*-гексаном, в воронку добавляют приблизительно 30 $см^3$ насыщенного раствора хлорида натрия (5.8), встряхивают смесь приблизительно в течение 30 с и оставляют до тех пор, пока произойдет разделение.

Сигнал от экстрактов образцов должен появляться в диапазоне концентраций калибровочных кривых. Если этого не происходит, то тогда экстракционные растворы должны быть разбавлены соответственно ацетонитрилом для ВЭЖХ анализа или *н*-гексаном для ГХ-МС анализа.

6.5 Определение ЭНФ и ЭОФ

Подготавливают триодид алюминия (5.3) в ацетонитриле для расщепления ЭОФ и ЭНФ в соответствии с приложением А.

Примечание — Триодид алюминия крайне чувствителен к воздуху и воде. Если используют коммерческий триодид алюминия (5.3), он может быть растворен в дисульфиде углерода в концентрации приблизительно 0,1 г/см^3. С помощью пипетки переносят 10 см^3 раствора в колбу и удаляют растворитель нагреванием до момента добавления экстрактов образцов.

Добавляют (10,0 ± 0,1) см^3 аликвоты экстрактов образцов (6.1.2 или 6.2) в колбу, содержащую приблизительно 1 г триодида алюминия и продолжают нагрев с обратным холодильником (дефлегмацию) при (90 ± 2) °С в течение (90 ± 5) мин.

Вынимают колбу и медленно, по каплям, добавляют воду (5.14) до тех пор, пока не прекратится реакция.

Разбавляют содержимое приблизительно 20 см^3 воды (5.14) и охлаждают до комнатной температуры.

Добавляют эту смесь в разделительную воронку (4.3), промывают колбу приблизительно 20 см^3 *н*-гексана (5.2), и переносят этот органический раствор в воронку. Затем добавляют приблизительно 1 см^3 раствора серной кислоты (5.4) и встряхивают. Собирают органическую фазу и экстрагируют водную фазу дополнительными 20 см^3 *н*-гексана. Объединяют всю органическую фазу. Затем добавляют приблизительно 2 см^3 раствора тиосульфата натрия (5.5) и встряхивают, пока не исчезнет розовая окраска (от йода). Промывают органическую фазу приблизительно 30 см^3 воды (5.14), удаляют водный слой и обезвоживают органический слой с помощью приблизительно 4 г Na_2SO_4 (5.7). Органический растворитель удаляют с помощью ротационного испарителя при температуре приблизительно 50 °С.

Примечание — Если органическую фазу невозможно легко отделить в делительной воронке после обработки *н*-гексаном, в воронку добавляют приблизительно 30 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия (5.8), встряхивают смесь приблизительно в течение 30 с и оставляют до тех пор, пока произойдет разделение.

Для ВЭЖХ анализа повторно растворяют остатки в (10,0 ± 0,1) см^3 ацетонитрила (5.1) и фильтруют через полиамидную мембрану (4.5).

Для ГХ-МС анализа повторно растворяют остатки в (10,0 ± 0,1) см^3 *н*-гексана (5.2) и фильтруют через полиамидную мембрану (4.5).

Сигнал от экстрактов образцов должен появляться в диапазоне концентраций калибровочных кривых. Если этого не происходит, то экстракционные растворы разбавляют соответственно ацетонитрилом для ВЭЖХ анализа или *н*-гексаном для ГХ-МС анализа.

6.6 Хроматографический анализ

Детектирование НФ и ОФ может быть проведено с использованием хроматографических методов ВЭЖХ (4.6) или ГХ-МС (4.7). Могут быть использованы другие аттестованные методы. Количественное определение проводят с помощью ВЭЖХ или ГХ-МС. Если применяют ГХ, следует использовать подходящий внутренний стандарт (5.13).

Операционные параметры и примеры хроматографического анализа для НФ и ОФ приведены в приложениях В и С.

6.7 Расчет

Количество НФ и ОФ обычно рассчитывают с помощью компьютерных программ, исходя из площадей их пиков и калибровочных кривых. Для ЭНФ и ЭОФ количество рассчитывают, основываясь на площадях пиков найденных НФ и ОФ, а также их калибровочных кривых.

7 Калибровка

7.1 Калибровка для НФ и ОФ

Внешние калибровочные кривые для НФ и ОФ подготавливают путем прямого измерения пяти уровней с возрастающими концентрациями стандартов НФ и ОФ в диапазоне от 1 до 20 мг/дм^3. Например, стандарты 1, 5, 10, 15 и 20 мг/дм^3.

Для ГХ-МС каждый стандарт содержит 100 мм^3 аликвоту раствора внутреннего стандарта 4n-НФ (5.13) с постоянной концентрацией 4n-НФ 2,0 мг/дм^3. Для внутренних калибровочных кривых графики создают путем измерения пяти уровней с возрастающей концентрацией стандартов НФ и ОФ в диапазоне от 1 до 20 мг/дм^3 с постоянной концентрацией 4n-НФ как внутреннего стандарта.

7.2 Калибровка для ЭНФ и ЭОФ

Для внешних калибровочных кривых ЭНФ и ЭОФ 10,0 см^3 ацетонитрила с добавлением стандартов $ЭНФ_9$ и $ЭОФ_{10}$ (приведенных в таблице 1) подготавливают в диапазоне от 2 до 50 мг/дм^3. Например, стандарты 2, 10, 20, 30 и 50 мг/дм^3.

Для ГХ-МС каждый стандарт содержит 100 мм^3 аликвоту раствора внутреннего стандарта 4n-НФ (5.13) с постоянной концентрацией 4n-НФ 2,0 мг/дм^3. Растворы анализируют по 6.2—6.5. Внешние калибровочные кривые создают путем нанесения пяти пар заданных количеств $ЭНФ_9$ и $ЭОФ_{10}$ и сигнала от обнаруженных НФ и ОФ.

Внутренние калибровочные кривые создают путем измерения пяти уровней возрастающих концентраций $ЭНФ_9$ и $ЭОФ_{10}$ и сигнала от обнаруженных НФ и ОФ с постоянной концентрацией 4n-НФ 2,0 мг/дм^3 как внутреннего стандарта.

8 Расчет

8.1 Расчет НФ и ОФ

Рассчитывают концентрацию ОФ и НФ с использованием внешнего стандарта по формуле

$$w_{AP} = \frac{A_{AP1}}{\rho} \cdot \frac{V}{m_E}. \quad (1)$$

Если используют внутренний стандарт, расчет проводят по формуле

$$w_{AP} = \frac{A_{AP1}}{A_{ISTD}} \cdot \frac{1}{\rho} \cdot \frac{V}{m_E}, \quad (2)$$

где w_{AP} — массовая доля НФ или ОФ в образце, мг/кг;

ρ — наклон калибровочной кривой;

A_{AP1} — площадь сигнала НФ или ОФ в растворе образца;

A_{ISTD} — площадь внутреннего стандарта в растворе образца;

V — объем, занимаемый образцом, см^3;

m_E — вес образца кожи или вспомогательного вещества, используемого при обработке кожи, г.

8.2 Расчет ЭНФ и ЭОФ

Рассчитывают концентрацию ЭНФ и ЭОФ с использованием внешнего стандарта по формуле

$$w_{APEO} = \frac{(A_{AP2} - A_{AP1})}{\rho'} \cdot \frac{V'}{m_E}. \quad (3)$$

Если используют внутренний стандарт, расчет проводят по формуле

$$w_{APEO} = \frac{(A_{AP2} - A_{AP1})}{A'_{ISTD}} \cdot \frac{1}{\rho'} \cdot \frac{V'}{m_E}, \quad (4)$$

где w_{APEO} — массовая доля ЭНФ или ЭОФ в образце, мг/кг;

A_{AP2} — площадь НФ или ОФ в растворе образца расщепленной пробы ЭНФ или ЭОФ;

A_{AP1} — площадь НФ или ОФ в растворе образца нерасщепленной пробы [см. формулу (1)];

ρ' — наклон калибровочной кривой;

V' — объем, занимаемый образцом, см^3;

m_E — вес образца кожи или вспомогательного вещества, используемого при обработке кожи, г [см. формулу (1)];

A'_{ISTD} — площадь внутреннего стандарта в растворе образца.

Примечание — Следует отметить, что НФ и ОФ устойчивы в течение процесса расщепления. Таким образом, площадь сигнала (A_{AP1}) НФ и ОФ в экстрактах образцов вносит вклад в площадь сигнала (A_{AP2}) изолированного суммарного (НФ + ОФ) из реакции разложения, поскольку экстракты образцов непосредственно представляют для разложения без удаления свободных НФ и ОФ. Соответственно ($A_{AP2} — A_{AP1}$) используют для расчета содержания НФ и ОФ, выделенных из ЭНФ и ЭОФ.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) тип, источник и обозначение анализируемой пробы кожи и используемый метод отбора проб, а также наименование и источник вспомогательного вещества, применяемого в процессе обработки кожи;

c) используемую аналитическую процедуру и оборудование;

d) аналитические результаты по содержанию НФ, ОФ, ЭНФ и ЭОФ, а также суммарную величину четырех результатов;

e) любые отклонения от аналитической процедуры, в том числе предпринятые дополнительные действия;

f) дату испытаний.

Приложение А
(справочное)

Приготовление триодида алюминия

А.1 Реактивы

А.1.1 Ацетонитрил для ВЭЖХ.

А.1.2 Алюминий чистотой более 99,9 %.

А.1.3 Иод чистотой более 99,8 %.

А.2 Аппаратура

А.2.1 Аналитические весы, взвешивающие с точностью до 0,01 г.

А.2.2 Перегонная лабораторная колба с плоским дном, 100 $см^3$.

А.2.3 Масляная баня или другое подходящее нагревательное устройство с термостатическим управлением, ±1 °С.

А.2.4 Конденсаторная трубка, Allihn или Graham, вставленная в горло перегонной колбы (А.2.2).

А.3 Процедура

1) Вся стеклянная посуда, такая как колба и конденсаторная трубка, должна быть перед использованием обезвожена и промыта ацетонитрилом (А.1.1).

2) Отмеряют 3,2 г йода (А.1.3) и алюминия (А.1.2) в колбу объемом 100 $см^3$ (А.2.2), добавляют пипеткой 10 $см^3$ ацетонитрила и слегка встряхивают колбу, чтобы перемешать содержимое.

3) Помещают колбу на масляную баню (А.2.3) и вставляют конденсаторную трубку.

4) Нагревают колбу до 90 °С в условиях обратного стекания до тех пор, пока не исчезнет окраска, обусловленная йодом (приблизительно 2 ч), с образованием триодида алюминия (белый осадок), который готов для использования.

Приложение В
(справочное)

Пример ВЭЖХ-хроматограмм

Поскольку оборудование разных лабораторий может отличаться, для хроматографического анализа нельзя предоставить общепринятую инструкцию. Нижеприведенные параметры были успешно испытаны и использованы.

Неподвижная фаза . . . . . C_{18} обращенная фаза

Подвижная фаза . . . . . 70 % метанол/30 % вода

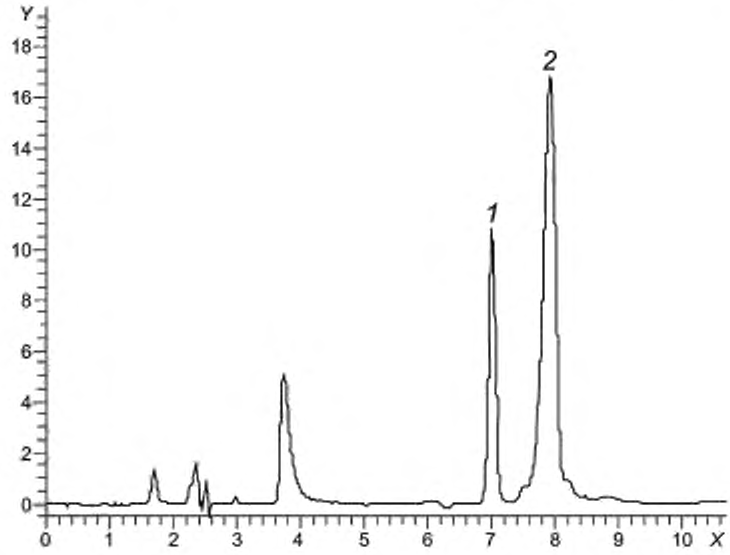
Скорость потока. . . . . 1,0 $см^3$/мин

Температура колонки . . . . . 35 °С

Впрыскиваемый объем . . . . . 10,0 $мм^3$

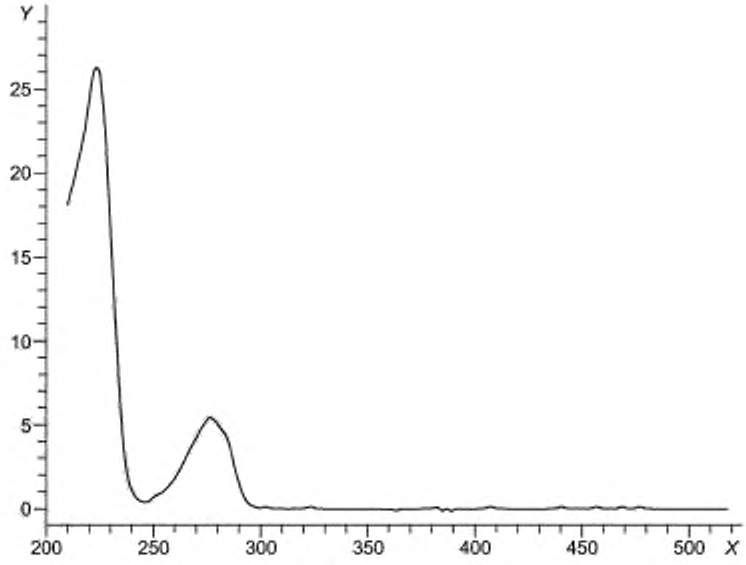
Детектирование . . . . . ДМД или ФЛД, спектрограф

Количественное определение . . . . . ДМД при 225 нм, для ФЛД с E_x = 230 нм и для E_m = 296 нм



X — время, мин, *Y* — единицы поглощения, мАЕ (mAU); *1* — 4-трет-октилфенол (ОФ), 7,015 мин; *2* — 4-нонилфенол (НФ), 7,931 мин

Рисунок В.1 — Хроматограмма НФ и ОФ в ацетонитриле (ВЭЖХ-ДМД)



X — длина волны, нм, *Y* — единицы поглощения

Рисунок В.2 — ВЭЖХ-УФ-СВД (ультрафиолетовые спектры и спектры видимого диапазона) алкилфенолов

Приложение С
(справочное)

Пример ГХ-МС-хроматограмм

С.1 Условия газохроматографического анализа

Инжектирование	без разделения потока
Температура инжектора	250 °С
Вводимый объем	1 мм^3
Температура переходной линии	280 °С
Газ-носитель	гелий
Скорость потока	1 см^3/мин
Температурная программа	80 °С в течение 1 мин; 20 °С/мин до 180 °С в течение 2 мин; 5 °С/мин до 195 °С в течение 1 мин; 20 °С/мин до 280 °С в течение 10 мин
ГХ-колонка	Капиллярная газохроматографическая колонка в стекле 5 % фенил 95 % диметил полисилоксан, оптимизированный для МС (например, Zebron™ ZB-5ms[a], Varian™ VF-5ms, Agilent™ HP-5ms или DB-5ms[a], Restek™ Rtx-5ms[1)]) Длина колонки 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,5 мкм

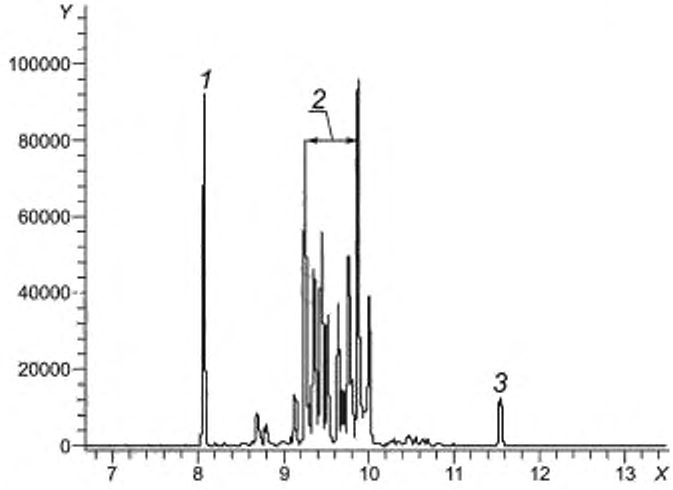
С.2 МС-условия

Тип удара	Квадруполь (режим электронного удара)
Режим	Регистрация выбранных ионов (SIM) (см. таблицу С.1)
Диапазон масс	от 40 до 300 а.е.м.
МС-источник	230 °С
МС-квадруполь	150 °С
Задержка на выход растворителя	5 мин

Таблица С.1 — Диагностические ионы, выбранные для идентификации и количественного определения

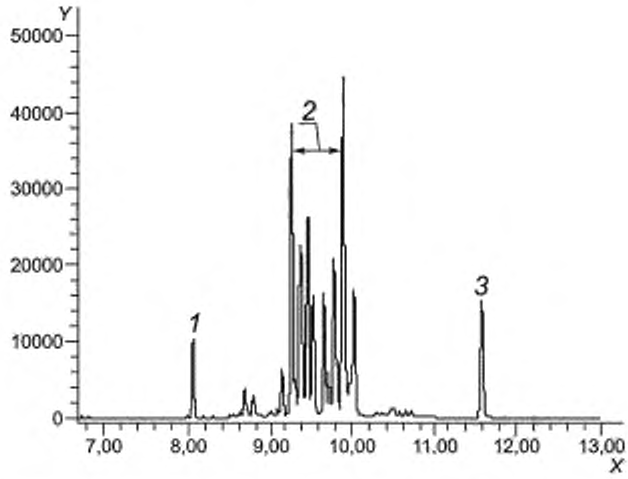
Анализируемое вещество	Аббревиатура	Ионы
4-нонилфенол (смесь изомеров)	НФ	107, 121, 135, 149
4-трет-октилфенол	ОФ	135, 206
4-н-нонилфенол	4n-НФ	107, 220

1) Zebron™ ZB-5ms, Varian™ VF-5ms, Agilent™ HP-5ms или DB-5ms[a], Restek™ Rtx-5ms являются примерами подходящей коммерчески доступной продукции. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего документа и не является одобрением указанных продуктов со стороны ИСО.



X — время, мин; *Y* — относительное количество; *1* — 4-трет-октилфенол (ОФ), 8,09 мин; *2* — 4-нонилфенол (НФ), смесь изомеров, от 9,1 до 10,1 мин; *3* — 4-трет-октилфенол (4n-НФ), внутренний стандарт 11,56 мин

Рисунок С.1 — Хроматограмма стандарта НФ и ОФ (ГХ-МС/SIM)



X — время, мин; *Y* — относительное количество; *1* — 4-трет-октилфенол (ОФ), 8,09 мин; *2* — 4-нонилфенол (НФ), смесь изомеров, от 9,1 до 10,1 мин; *3* — 4-трет-октилфенол (4n-НФ), внутренний стандарт 11,56 мин

Рисунок С.2 — Хроматограмма выделенных НФ и ОФ, изолированных от продуктов разложения (ГХ-МС/SIM)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального, межгосударственного стандарта
ISO 2418	IDT	ГОСТ ISO 2418—2013 «Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на устойчивость. Установление места отбора проб»
ISO 3696	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
ISO 4044	IDT	ГОСТ ISO 4044—2014 «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 675.014.04:006.354 ОКС 59.140.30

Ключевые слова: кожа, этоксилированные алкилфенолы, содержание, косвенный метод, определение, хромотография, проба, анализ, результат, протокол

БЗ 5—2017/92

Редактор *М.В. Терехина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 16.05.2017. Подписано в печать 18.05.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86 Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 30 экз. Зак. 826.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru