ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 18218-1— 2017

КОЖА

Определение содержания этоксилированных алкилфенолов

Часть 1

Прямой метод

(ISO 18218-1:2015, 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. № 372-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 18218-1:2015 «Кожа. Определение содержания этоксилированных алкилфенолов. Часть 1. Прямой метод» (ISO 18218-1:2015 «Leather — Determination of ethoxylated alkylphenols — Part 1: Direct 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 1
5 Реактивы 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка проб и анализ 2
8 Протокол испытания 3
Приложение А (справочное) Параметры проведения хроматографического анализа 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА

Определение содержания этоксилированных алкилфенолов

Часть 1

Прямой метод

Leather. Determination of ethoxylated alkylphenols. Part 1. Direct method

Дата введения — 2018—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения этоксилированных алкилфенолов (ЭАФ) (этоксилата нонилфенола [ЭНФ/$NPEO_n$ с $1 \le n \le 16$] и этоксилата октилфенола [ЭОФ/$OPEO_n$ с $1 \le n \le 16$]) в коже. Данный прямой метод особенно применим в случае проверки наличия ЭАФ в большом количестве проб кожи.

Данный метод требует использования высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с тройным квадрупольным масс-спектрометром (МС-МС) для идентификации и количественного определения ЭАФ.

Примечание 1 — В кожевенной промышленности наиболее широко употребляемым ЭАФ является ЭНФ/$NPEO_n$ со средним содержанием $n = 9$. Он имеет оптимальную точку помутнения (осаждения) в воде для типичных температур обработки кожи от 40 °С до 55 °С.

Примечание 2 — ИСО 18218-1 и ИСО 18218-2 используют различные растворители для экстракции ЭАФ из кожи. Вследствие этого предполагается, что данные аналитические методы будут выявлять аналогичные тенденции, но не обязательно давать одинаковые абсолютные результаты по содержанию ЭАФ в коже.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для недатированных ссылок применяют самые последние издания, включая любые изменения и поправки.

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, 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

Пробу кожи экстрагируют в метаноле, используя ультразвуковую ванну. Затем аликвота раствора после фильтрования может быть проанализирована без дополнительной очистки пробы с использованием ВЭЖХ с помощью МС-МС.

4 Аппаратура и материалы

Требуется обычная лабораторная аппаратура и указанная ниже.

Издание официальное

4.1 Ультразвуковая ванна с регулируемым нагревом, способная поддерживать температуру (70 ± 5) °С.

4.2 Стеклянный контейнер с закручивающейся крышкой (достаточный объем 22 см^3).

4.3 Полипропиленовый или полиэтиленовый шприц объемом 2 см^3.

4.4 Шприцевые мембранные фильтры с размером пор 0,2 мкм, используемые со шприцем (4.3).

4.5 Мерные колбы объемом 10 и 100 см^3.

4.6 Аналитические весы с точностью взвешивания до 1 мг.

4.7 Пипетки различных размеров объемом от 1 до 5 см^3.

4.8 Инструментальное оборудование, высокоэффективный жидкостный хроматограф с градиентным элюированием и тройным квадрупольным масс-спектрометром (ВЭЖХ-МС-МС).

5 Реактивы

Если не определено другое, используют реактивы аналитической степени чистоты.

5.1 Метанол

5.2 Этоксилат нонилфенола, ЭНФ/NPEO$_n$ с n = 9—10, CAS No. 68412-54-4, Sigma-Aldrich®Product No. T 9284 (IGEPAL ® CO-630)[1)], технической чистоты.

Примечание — Название бренда дано для улучшения сравнимости результатов испытаний между разными лабораториями. Коммерческий ЭНФ содержит группы ЭНФ с линейной и разветвленной структурами, поэтому использование другого образца может привести к различным результатам. В настоящее время в лабораториях поставщиков химических реактивов имеются только образцы технической чистоты.

5.3 Этоксилат октилфенола, ЭОФ/OPEO$_n$ с n = 9—10, CAS No. 9002-93-1, Sigma-Aldrich® Product No. 542334 (Triton^{TM} X-100)[1)], технической чистоты.

Примечание — Название бренда дано для улучшения сравнимости результатов испытаний между разными лабораториями. Коммерческий ЭОФ содержит группы ЭОФ с линейной и разветвленной структурами, поэтому использование другого образца может привести к различным результатам. В настоящее время в лабораториях поставщиков химических реактивов имеются только образцы технической чистоты.

5.4 Стоковый раствор ЭНФ и ЭОФ, ρ = 250 мкг/см^3.

25 мг соответствующего ЭАФ (5.2 и 5.3) растворяют в метаноле (5.1) в разных мерных колбах (4.5) объемом 100 см^3 и доводят метанолом содержимое колб до метки.

5.5 Калибровочные растворы ЭНФ и ЭОФ

Для каждого ЭАФ приготавливают четыре калибровочных раствора ρ = 2,5 мкг/см^3, ρ = 5 мкг/см^3, ρ = 10 мкг/см^3 и ρ = 50 мкг/см^3, используя соответствующий стоковый раствор (5.4).

5.6 Муравьиная кислота

5.7 Вода, деионизованная или дистиллированная, степень чистоты 3 по ИСО 3696.

6 Отбор проб

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

Пробы кожи измельчают или нарезают на мелкие кусочки размером от 2 до 3 мм по ИСО 4044.

7 Подготовка проб и анализ

7.1 Экстракция

Приблизительно 1 г пробы кожи взвешивают с точностью до 10 мг и помещают в стеклянный контейнер с закручивающейся крышкой (4.2). Добавляют 10 см^3 метанола (5.1), закрывают контейнер и экстрагируют пробу в течение (60 ± 5) мин в ультразвуковой ванне (4.1) при (70 ± 5) °С.

[1)] Sigma-Aldrich ®Product No. T9284 (IGEPAL ® CO-630) и Sigma-Aldrich® Product No. 542334 (Triton^{TM} X-100) являются примерами подходящей коммерчески доступной продукции. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением этой продукции со стороны ИСО.

Примечание — Данный метод может быть использован также для анализа вспомогательного оборудования, используемого при обработке кожи, путем помещения его в контейнер с закручивающейся крышкой (4.2) вместо пробы кожи. Вспомогательное оборудование должно быть растворимо в метаноле или, если нерастворимо, экстракт должен быть центрифугирован, чтобы было возможным выделить чистый экстракт.

7.2 Анализ

После охлаждения до комнатной температуры аликвоту экстракта отбирают с помощью одноразового шприца (4.3) и переносят в хроматографическую (ВЭЖХ) виалу для проб, используя шприцевой фильтр (4.4). Данная аликвота подготовлена для анализа методом ВЭЖХ.

Детектирование ЭАФ проводят, используя ВЭЖХ с градиентным элюированием и тройной квадрупольный масс-спектрометр (4.8). Руководящие указания по подходящим хроматографическим условиям даны в приложении А.

7.3 Калибровка

Четыре калибровочных раствора (5.5) переносят в виалу ВЭЖХ и анализируют наряду с каждой партией испытуемых проб. Площади пиков четырех проанализированных калибровочных растворов (5.5) используют для подготовки калибровочного графика.

7.4 Расчет

Содержание ЭАФ рассчитывают как массовую долю w, мг/кг, от пробы кожи в соответствии с формулой

$$w = \frac{(A_S - b)\ V}{a \cdot m_E},$$

где A_S — площадь пика ЭАФ в экстракте;

b — отрезок, отсекаемый от координатной оси калибровочного графика;

a — наклон калибровочного графика;

V — окончательный объем, используемый по 7.1, см^3, в данном случае равен 10 см^3;

m_E — масса пробы кожи, г.

8 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) тип, источник и обозначение пробы (аликвота, насколько это необходимо);

c) дату получения и дату испытания;

d) метод отбора проб;

e) метод детектирования и метод количественного определения;

f) результаты, представленные как содержание ЭАФ, мг/кг, и предел детектирования.

Приложение А
(справочное)

Параметры проведения хроматографического анализа

А.1 Предварительные замечания

Поскольку оборудование ВЭЖХ (4.8) разных лабораторий может отличаться, нельзя предоставить общую для всех инструкцию по хроматографическому анализу. Приведенные ниже параметры были успешно испытаны и использованы.

А.2 Параметры проведения испытаний с использованием ВЭЖХ и МС-МС

Элюент 1 . . . . . 1 $см^3$ муравьиной кислоты в 1000 $см^3$ воды, 0,1 %
Элюент 2. . . . . метанол
Неподвижная фаза . . . . . Pursuit®XRs C18[1)] (3 мкм), 150 × 2,0 мм
Предколонка . . . . . MetaGuard™ 2,0 Pursuit®XRs C18[1)] 3 мкм
Объемный расход . . . . . 180 $мм^3$/мин
Градиент . . . . . см. таблицу А.1

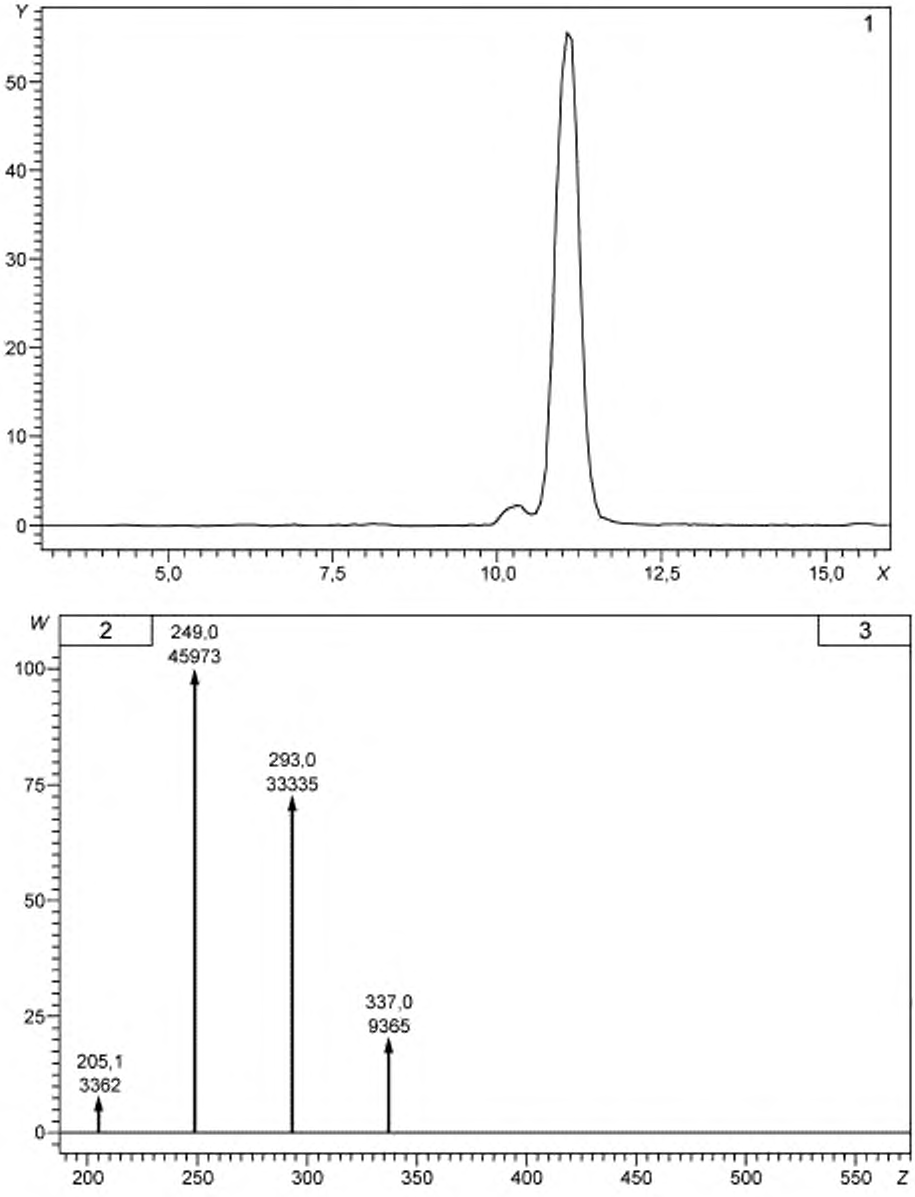
Таблица А.1 — Градиентная программа

Время, мин	Элюент 1, %	Элюент 2, %
0	40	60
12	0	100
17	0	100
18	40	60
22	40	60

Температура колонки . . . . . 40 °С
Впрыскиваемый объем . . . . . от 1 до 10 $мм^3$ (в зависимости от хроматографического метода)
Детектирование . . . . . МС-МС
Впрыскиваемый газ. . . . . азот
Инертный газ . . . . . аргон
Ионизация . . . . . положительное электрораспыление при атмосферном давлении, фрагментор 100 В
Количественное определение . . . . . сумма сканированных ионов полной ионной хроматограммы

[1)] Pursuit®XRs C18 и MetaGuard™ 2,0 Pursuit®XRs C18 являются примерами подходящей коммерчески доступной продукции. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением этой продукции со стороны ИСО.

А.3 Примеры хроматограммы и масс-спектра для ЭНФ/NPEO$_n$[1)]



X — минуты; *Y* — килоимпульсы/kcounts; *Z* — m/z сигнал; W — килоимпульсы/kcounts; *1* — отфильтрованная интенсивность основного пика, std002.xms; *2* — спектр 1A базовая точка: 249,0 (45 973 = 100 %), std001.xms; *3* — 11,040 min, спектрограмма: 955, объединенная воспроизведенная хроматограмма: 92 588, компьютер с байтовой организацией

Рисунок А.1 — ВЭЖХ-МС-МС хроматограмма и масс-спектр ЭНФ

[1)] Исследованная здесь проба ЭНФ/NPEO$_n$ является этоксилатом 4-нонилфенола с $1 \leq n < 3$, Product No L15631000ME, LGC Standards (gost.e-ecolog.ru .

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 стандарта и действующего в этом качестве 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 — идентичный стандарт,
- MOD — модифицированный стандарт.

УДК 675.014.04:006.354 ОКС 59.140.30

Ключевые слова: кожа, этоксилированные алкилфенолы, содержание, прямой метод, определение, хроматография, проба, анализ, результат, протокол

БЗ 6—2017/95

Редактор *Н.В. Терехина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 05.05.2017. Подписано в печать 18.05.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,32. Тираж 26 экз. Зак. 823.
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