ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 19070— 2021

КОЖА

Химическое определение содержания N-метил-2-пирролидона в коже

(ISO 19070:2016, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Инновационный научно-производственный центр текстильной и легкой промышленности» (АО «ИНПЦ ТЛП») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 424 «Продукция обувной, кожевенной и кожгалантерейной промышленности»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2021 г. № 1648-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 19070:2016 «Кожа. Химическое определение содержания N-метил-2-пирролидона (NMP) в коже» (ISO 19070:2016 «Leather — Chemical determination of N-methyl-2-pyrrolidone (NMP) in leather», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ISO/TC 38.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные 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

© ISO, 2016
© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

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 Реактивы 1
5 Аппаратура 1
6 Проведение испытаний 2
6.1 Приготовление стандартных растворов 2
6.2 Подготовка образцов 2
6.3 Экстракция 2
7 Хроматографическое определение 2
8 Количественное определение 3
9 Чувствительность метода 3
10 Протокол испытания 3
Приложение А (справочное) Хроматографический анализ 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам 5

Введение

В соответствии с требованиями Регламента Европейского союза REACH (Регламент ЕС 1907/2006) N-метил-2-пирролидон был включен в перечень веществ-кандидатов с очень высокой опасностью (SVHC) и использование его ограничено.

В связи с этим приводят новый метод определения содержания N-метил-2-пирролидона в коже.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА

Химическое определение содержания N-метил-2-пирролидона в коже

Leather. Chemical determination of N-methyl-2-pyrrolidone in leather

Дата введения — 2022—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения количества N-метил-2-пирролидона (NMP) в коже и деталях из кожи.

Данный метод также применим для определения количества N-этил-2-пирролидона (NEP) в коже.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 2418, Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location (Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на устойчивость. Место отбора образцов)

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

3 Сущность метода

Испытуемую пробу экстрагируют в ультразвуковой ванне в течение 1 ч, используя ацетон, при температуре 50 °С. Затем анализируют аликвоту с использованием газового хроматографа, снабженного масс-селективным детектором (GC-MS).

4 Реактивы

Все используемые реактивы должны быть признанной аналитической чистоты.

4.1 Ацетон, CAS[1)] № 67-64-1.

4.2 N-метил-2-пирролидон, не менее 99,5 %, CAS № 872-50-4.

5 Аппаратура

Используется обычное лабораторное оборудование, например перечисленное ниже.

5.1 Аналитические весы с ценой деления 0,0001 г.

5.2 Герметичный сосуд с крышкой объемом около 20 $см^3$ (пригодный для экстрагирования ацетоном при температуре 50 °С).

5.3 Ультразвуковая ванна (с регулируемой температурой).

[1)] Химическая реферативная служба (Chemical Abstracts Service — CAS).

Издание официальное

5.4 Микропипетки вместимостью 50 мм^3 и 100 мм^3.
5.5 Пипетки вместимостью 0,5 см^3 и 5 см^3.
5.6 Мерные колбы вместимостью 100 см^3.
5.7 Газовый хроматограф с масс-селективным детектором (GC-MS).
5.8 Мембранный фильтр из политетрафторэтилена (ПТФЭ) с размером пор 0,45 мкм.
5.9 Виалы для образцов с колпачком из ПТФЭ.

6 Проведение испытаний

6.1 Приготовление стандартных растворов

6.1.1 Исходный раствор NMP (1000 мкг/см^3)

На аналитических весах (5.1) взвешивают точно 0,1 г N-метил-2-пирролидона в мерной колбе вместимостью 100 см^3 (5.6) и доводят до метки ацетоном (4.1).

6.1.2 Калибровочные растворы NMP

Для построения калибровочного графика используют четыре калибровочных раствора. Готовят эти растворы в мерных колбах вместимостью 100 см^3, как указано в таблице 1.

Таблица 1 — Приготовление калибровочных растворов

Калибровочный раствор	Объем исходного раствора NMP (6.1.1)	Концентрация NMP в калибровочном растворе
1	0,1 см^3	1 мкг/см^3
2	0,5 см^3	5 мкг/см^3
3	1 см^3	10 мкг/см^3
4	5 см^3	50 мкг/см^3
Доводят до метки ацетоном		

6.2 Подготовка образцов

Отбирают репрезентативный образец из кожи или деталей из кожи. По возможности отбор образцов проводят в соответствии с ИСО 2418.

Образец кожи должен быть измельчен на кусочки в соответствии с ИСО 4044. Размер кусочков кожи должен быть от 2 до 3 мм. Пробу не кондиционируют.

6.3 Экстракция

Аккуратно взвешивают на аналитических весах (5.1) приблизительно 1 г кусочков кожи и помещают их в герметичный сосуд (5.2). Добавляют 10 мл ацетона и экстрагируют кожу при температуре (50 ± 2) °С в ультразвуковой ванне в течение (1,0 ± 0,1) ч.

После охлаждения при комнатной температуре раствор фильтруют через мембранный фильтр из ПТФЭ (5.8), переносят в виалу (5.9) и закрывают колпачком из ПТФЭ. Полученный раствор готов для инструментального анализа, который должен быть проведен в течение 24 ч.

Если происходит какая-либо задержка при проведении анализа подготовленной пробы, то она может храниться при температуре (4 ± 2) °С в течение 24 ч.

7 Хроматографическое определение

Определение содержания N-метил-2-пирролидона проводят с использованием хроматографического метода GC-MS, приведенного в приложении А.

Если количество NMP в пробе выше сигнала от калибровочного раствора с наибольшей концентрацией, необходимо разбавить ее, учитывая это при расчете, указанном в разделе 8.

8 Количественное определение

Рассчитывают содержание N-метил-2-пирролидона, как массовую долю w, мг/кг, по формуле

$$w = \frac{A_{NMP-S} \cdot C_{NMP-Std} \cdot V}{A_{NMP-Std} \cdot m_S}, \quad (1)$$

где A_{NMP-S} — площадь пика NMP в пробе;

$A_{NMP-Std}$ — площадь пика NMP в калибровочном стандарте;

$C_{NMP-Std}$ — концентрация NMP в калибровочном стандарте, мкг/см^3;

V — окончательный объем пробы, мл (согласно 6.3 V = 10 см^3);

m — исходная масса пробы, г.

9 Чувствительность метода

Предел количественного определения должен быть достаточным, чтобы обеспечить соответствие анализа любым техническим условиям или нормативным требованиям, например менее 1000 мг/кг N-метил-2-пирролидона в коже. Обычный предел количественного определения для этого метода составляет 5 мг/кг.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать как минимум следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) дату проведения испытания;

c) все характеристики для идентификации испытываемого образца;

d) количество N-метил-2-пирролидона, определенное в пробе кожи, в мг/кг;

e) предел обнаружения метода;

f) любые отклонения от аналитической методики, установленной в настоящем стандарте.

Приложение А
(справочное)

Хроматографический анализ

А.1 Предварительное замечание

Поскольку оборудование (5.7) лабораторий может различаться, невозможно предоставить общие инструкции для проведения хроматографического анализа. Ниже приведены испытанные и использованные методики анализа.

А.2 Газовая хроматография с масс-селективным детектором (GC-MS)

Колонка:	5 % фенил — 95 % полидиметилсилоксан, 30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм
Газ-носитель:	гелий, скорость потока 1,2 $см^3$/мин
Система дозирования:	без разделения потока
Температура инжектора:	250 °С
Вводимый объем:	1 мкл
Температурная программа:	60 °С в течение 4 мин, 15 °С/мин до 140 °С и 30 °С/мин до 300 °С в течение 1 мин
Температура линии подачи:	300 °С
Температура источника:	230 °С
Температура квадруполя:	150 °С
МС-детектирование (Режим SIM/SCAN):	SCAN: *m*/*z* 60—110; SIM: *m*/*z* 99

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 2418	—	*
ISO 4044	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

УДК 675.014.04:006.354 ОКС 59.140.30

Ключевые слова: кожа, N-метил-2-пирролидон, химическое определение содержания N-метил-2-пирролидона, количество N-метил-2-пирролидона, NMP

Редактор *А.Е. Минкина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 02.12.2021. Подписано в печать 27.12.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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