МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17234-1— 2022

КОЖА

Химические испытания для определения содержания азокрасителей в окрашенной коже

Часть 1

Определение содержания некоторых ароматических аминов, полученных из азокрасителей

(ISO 17234-1:2020, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 13 декабря 2022 г. № 62)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 декабря 2022 г. № 1580-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17234-1—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17234-1:2020 «Кожа. Химические испытания для определения содержания некоторых азокрасителей в окрашенной коже. Часть 1. Определение содержания некоторых ароматических аминов, полученных из азокрасителей» («Leather — Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers — Part 1: Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants», IDT).

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2020
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023



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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Общие положения 2
5 Принцип 3
6 Требования безопасности 3
7 Аппаратура 3
8 Реактивы 4
9 Отбор и подготовка образцов 4
10 Процедура 5
11 Хроматографический анализ 6
12 Калибровка 6
13 Оценка результатов 6
14 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Хроматографические анализы 8
Приложение В (справочное) Надежность метода 12
Приложение С (справочное) Руководство по оценке. Интерпретация аналитических результатов 13
Приложение D (справочное) Процедура жидкостной экстракции без использования диатомовой земли (диатомита) 20
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 22
Библиография 23

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

Химические испытания для определения содержания азокрасителей в окрашенной коже

Часть 1

Определение содержания некоторых ароматических аминов, полученных из азокрасителей

Leather.
Chemical tests for the determination of azo colorants in dyed leathers.
Part 1
Determination of certain aromatic amines derived from azo colorants

Дата введения — 2023—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания некоторых азокрасителей, способных выделять ароматические амины.

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. Установление места отбора образцов)

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)

ISO 17234-2, Leather — Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers — Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene (Кожа. Химические испытания для определения содержания некоторых азокрасителей в окрашенной коже. Часть 2. Определение содержания 4-аминобензола)

3 Термины и определения

В настоящем документе термины и определения не применяются.

Терминологические базы данных ISO и IEC для использования в стандартизации можно найти по следующим адресам:

- онлайн-платформа для просмотра файлов ISO доступна по адресу: gost.e-ecolog.ru ;
- Электропедия IEC доступна по адресу: gost.e-ecolog.ru .

Издание официальное

4 Общие положения

Некоторые азокрасители способны высвобождать при восстановительном расщеплении азогрупп(ы) один или более ароматических аминов, перечисленных в Регламенте (ЕС) № 1907/2006, Приложение XVII, Дополнение 8 [2], и китайском стандарте GB 20400—2006 (см. таблицу 1).

Таблица 1 — Ароматические амины, перечисленные в Регламенте ЕС 1907/2006, Приложение XVII, Дополнение 8 [2], и китайском стандарте GB 20400—2006 [3]

№	Номер по CAS	Номер по указателю	Номер в ЕС	Вещество
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	дифенил-4-иламин 4-аминобифенил ксениламин
2	92-87-5	612-042-00-2	202-199-1	бензидин
3	95-69-2	612-196-00-0	202-441-6	4-хлоро-о-толуидин
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-нафтиламин
5[a)]	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	о-аминоазотолуол 4-амино-2',3-ди-метилазобензол 4-о-толилазо-о-толуидин
6[a)]	99-55-8	612-210-00-5	202-765-8	5-нитро-о-толуид 2-амино-4-нитротолуол
7	106-47-8	612-137-00-9	203-401-0	4-хлороанилин
8	615-05-4	612-200-00-0	210-406-1	4-метокси-м-фенилендиамин 2,4-диаминоанизол
9	101-77-9	612-051-00-1	202-974-4	4,4'-метилендианилин 4,4'-диаминодифенилметан
10	91-94-1	612-068-00-4	202-109-0	3,3'-дихлорбензидин 3,3'-дихлоробифенил-4,4'-илендиамин
11	119-90-4	612-036-00-X	204-355-4	3,3'-диметоксибензидин о-дианизидин
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0	3,3'-диметилбензидин 4,4'-би-о-толуидин
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	4,4'-метиленди-о-толуидин
14	120-71-8	612-209-00-X	204-419-1	6-метокси-м-толуидин р-крезидин
15	101-14-4	612-078-00-9	202-918-9	4,4'-метилен-бис-(2-хлор-анилин) 2,2'-дихлор-4,4'-метилен-дианилин
16	101-80-4	612-199-00-7	202-977-0	4,4'-оксидианилин
17	139-65-1	612-198-00-1	205-370-9	4,4'-тиодианилин
18	95-53-4	612-091-00-X	202-4229-0	о-толуидин 2-аминотолуол
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-метил-м-фенилендиамин 2,4-толуилендиамин 2,4-диаминотолуол
20	137-17-7	612-197-00-6	205-282-0	2,4,5-триметиланилин
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	о-анизидин 2-метоксианилин
22[b)]	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-аминоазобензол
23[c)]	95-68-1	612-027-00-0	202-440-0	2,4-ксилидин 2,4-диметилбензол -1-амин
24[c)]	87-62-7	612-161-00-X	201-758-7	2,6-ксилидин 2,6-диметилбензол -1-амин

[a)] Номера CAS 97-56-3 (№ 5) и 99-55-8 (№ 6) будут заменены номерами CAS 95-53-4 (№ 18) и 95-80-7 (№ 19).

[b)] Азокрасители, которые могут быть преобразованы из 4-аминоазобензола при использовании настоящего метода в анилин (CAS № 62-53-3) и 1,4-фенилендиамин (CAS № 106-50-3). Присутствие этих красителей определяют по ISO 17234-2.

[c)] Дополнительные ароматические амины в китайском стандарте GB 20400—2006.

5 Принцип

После обезжиривания образец кожи обрабатывают дитионитом натрия в водном буферном растворе (pH 6) при температуре 70 °С в закрытом сосуде. Амины, полученные в процессе восстановительного расщепления, переводят в фазу метил-трет-бутилового эфира (8.5) посредством жидкостной экстракции, используя колонку с диатомовой землей. Экстракт метил-трет-бутилового эфира (8.5) концентрируют при умеренных условиях в ротационном вакуумном испарителе и остаток растворяют в подходящем растворителе в зависимости от метода, применяемого для определения аминов (см. приложение А).

Обнаружение аминов проводят посредством высокоэффективной жидкостной хроматографии [ВЭЖХ (HPLC)] с использованием фотометрического детектора на диодной матрице [ФДМД (DAD)] или масс-селективного детектора [ВЭЖХ/МСД (HPLC/MS)]; методом капиллярной газовой хроматографии с помощью масс-селективного детектора [КГХ/МСД (GC/MS)] или методом капиллярного электрофореза с помощью фотометрического детектора на диодной матрице [КЭ/ФДМД (CE/DAD)]; качественно с помощью метода тонкослойной хроматографии или высокоэффективной тонкослойной хроматографии [ТСХ, ВЭТСХ (TLC, HPTLC)].

Амины должны быть идентифицированы по крайней мере двумя различными хроматографическими методами, чтобы избежать любых возможных ошибок, вызванных присутствующими веществами (например, изомеры аминов, которые могут быть идентифицированы). Количественное определение амина выполняют [ВЭЖХ/ФДМД (HPLC/DAD)] или [КГХ/МСД (GC/MS)].

Скрининг-метод с использованием жидкостной экстракции без диатомовой земли (диатомита) описан в приложении Д.

6 Требования безопасности

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Ароматические амины, перечисленные в разделе 4, классифицируются как вещества канцерогенные или предположительно канцерогенные для человека.

6.1 Пользователь несет ответственность за использование безопасных и надлежащих методик при работе с материалами в настоящем методе испытания. Обращаются к изготовителям за конкретными сведениями, такими как паспорта безопасности материалов и другие рекомендации.

6.2 Надлежащей лабораторной практикой является следующая. Применение защитных очков во всех помещениях лаборатории, а также респираторов от пыли и одноразовых перчаток при работе с порошковыми красителями и ароматическими аминами.

6.3 Применяют национальные и местные правила техники безопасности.

7 Аппаратура

Используют стандартное лабораторное оборудование, в частности, следующее.

7.1 **Подходящий для реакции сосуд** из термостойкого стекла с газонепроницаемой пробкой.

7.2 **Подходящая нагревательная система,** обеспечивающая температуру (70 ± 2) °С.

7.3 **Полипропиленовая или стеклянная лабораторная колонка** с внутренним диаметром от 25 мм до 30 мм и длиной от 130 мм до 150 мм, наполненная 20 г диатомовой земли, со стекловолоконным фильтром на выходном отверстии.

Колонки с диатомовой землей либо покупают предварительно укомплектованными и используются как есть, либо 20 г диатомита насыпают в стеклянную или полипропиленовую колонку с указанными размерами.

7.4 **Ротационный вакуумный испаритель с контролем вакуума и водяной баней.**

7.5 **Пипетки** различных видов и требуемых размеров.

7.6 **Ультразвуковая баня с термостатом.**

7.7 **Хроматографическое оборудование,** выбранное из следующих вариантов:

7.7.1 **Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ)** с диодно-матричным детектором (ФДМД) или масс-селективным детектором (МСД).

7.7.2 **Капиллярная газовая хроматография (КГХ)** с масс-селективным детектором (МСД).

7.7.3 **Капиллярный электрофорез (КЭ)** с диодно-матричным детектором (ФДМД).

7.7.4 **Тонкослойная хроматография (ТСХ)** или **высокоэффективная тонкослойная хроматография (ВЭТСХ).**

Примечание — Описание хроматографического оборудования (7.7) приведено в приложении А.

8 Реактивы

Если нет иных указаний, применяют химические вещества аналитической чистоты.

8.1 **н-гексан.**

8.2 **Цитратный буферный раствор** 0,06 моль/дм^3, pH = 6, предварительно нагретый до (70 ± 2) °С.

8.3 **Водный раствор дитионита натрия,** ρ =200 мг/см^3 [1)], свежеприготовленный, используется сразу после выдерживания в течение 1 ч в закрытом сосуде.

8.4 **Водный раствор гидроксида натрия,** массовая доля 40 %.

8.5 ***трет*-бутилметиловый эфир (ТБМЭ).**

8.6 **Метиловый спирт.**

8.7 **Ацетонитрил.**

8.8 **Амины,** перечисленные в таблице 1 (наивысшая степень чистоты).

8.9 **Стандартные растворы.**

8.9.1 **Исходный раствор аминов** (8.8): 400 мкг/см^3 в этилацетате для ТСХ.

8.9.2 **Исходный раствор аминов** (8.8): 200 мкг/см^3 каждого амина в соответствующем растворителе.

Примечание — Ацетонитрил является подходящим растворителем для этого исходного раствора, обеспечивающим хорошую стабильность аминов.

8.9.3 **Стандартный раствор для контроля процесса получения амина:** 30 мкг амина на см^3 растворителя, свежеприготовленного из исходных растворов (8.9.1 или 8.9.2) в зависимости от аналитического метода.

8.9.4 **Внутренний стандарт в растворе (ИС),** ρ = 10 мкг ИС на миллилитр трет-бутилметилового эфира (8.5).

В случае анализа методом капиллярной газовой хроматографии (КГХ)с масс-селективным детектором (МСД) используют один из следующих внутренних стандартов:

- ИС 1: нафталин-d8 (CAS No.: 1146-65-2);
- ИС 2: 2,4,5-трихлоранилин (ТХА), (CAS No.: 636-30-6);
- ИС 3: антрацен-d10 (CAS No.: 1719-06-8).

8.10 **Вода,** степень чистоты 3 согласно ISO 3696.

9 Отбор и подготовка образцов

Образцы кожи отбирают в соответствии с ISO 2418 и подготавливают в соответствии с ISO 4044. Если отбор образцов в соответствии с ISO 2418 невозможен (например, в случае отбора из готовых изделий — обуви или одежды), то сведения об отборе образцов должны быть описаны в протоколе испытаний. Все следы клея должны быть удалены механическим способом.

В случае если образец отбирают из лоскутного кожаного изделия с разноцветным рисунком, то образцы различных цветов по возможности анализируют отдельно. Для изделий, изготовленных из кожи различного качества, образцы кожи различного качества анализируют отдельно.

Для аналитической процедуры точно взвешивают 1,0 г репрезентативного образца кожи в подходящем для реакции сосуде (7.1).

[1)] ρ — концентрация по массе (масса вещества на единицу массы смеси).

10 Процедура

10.1 Обезжиривание

Обрабатывают 1,0 г кожи в закрытом подходящем для реакции сосуде (7.1) вместимостью 50 см^3 с 40 см^3 н-гексана (8.1) на ультразвуковой бане (7.6) при (40 ± 2) °С в течение 40 мин.

Декантируют слой н-гексана. Следует избегать потери частиц кожи во время декантирования. Выпаривают остаток н-гексана из открытого сосуда по меньшей мере в течение ночи.

10.2 Восстановительное расщепление

К образцу добавляют 15 см^3 буферного раствора (см. 8.2), предварительно нагретого до (70 ± 2) °С.

Плотно закупоривают реакционный сосуд и выдерживают образец в течение (30 ± 1) мин при температуре (70 ± 2) °С.

Затем добавляют в реакционный сосуд 3 см^3 водного раствора дитионита натрия (8.3) для восстановительного расщепления азогрупп, затем энергично встряхивают и сразу же выдерживают при (70 ± 2) °С еще (30 ± 1) мин. Затем в течение 2 мин охлаждают его смесью льда, воды и соли до комнатной температуры (от 20 °С до 25 °С).

10.3 Жидкостная экстракция

Добавляют 1,5 см^3 раствора гидроксида натрия (8.4) в реакционный раствор и энергично встряхивают. Переносят реакционный раствор в колонку с диатомовой землей (7.3) и оставляют абсорбироваться в течение 15 мин.

Затем в реакционный сосуд добавляют 10 см^3 трет-бутилметилового эфира (8.5) и энергично встряхивают. Через 15 минут декантируют трет-бутилметиловый эфир (8.5) на верхнюю часть колонки и собирают элюат в круглодонную колбу объемом 250 см^3.

Споласкивают реакционный сосуд 10 см^3 трет-бутилметилового эфира (8.5) и переносят растворитель в колонку. Затем заливают 60 см^3 трет-бутилметилового эфира (8.5) непосредственно в колонку.

Для обнаружения и количественного определения аминов экстракт трет-бутилметилового эфира концентрируют до объема менее 5,0 см^3 (но не до сухости) с помощью ротационного вакуумного испарителя при температуре менее 50 °С и давлении приблизительно 450 мбар. Если необходимо сменить растворитель, удаляют остаток текущего растворителя очень осторожно с помощью слабого потока инертного газа.

Примечание 1 — Удаление растворителя (концентрирование в вакуумном ротационном испарителе, выпаривание досуха) может привести к значительным потерям амина, если его проводить в неконтролируемых условиях.

Экстракт или остаток доводят до 2,0 см^3 соответствующим растворителем для обнаружения и определения аминов с помощью хроматографии [ацетонитрил (8.7), трет-бутилметиловый эфир (8.5) или метанол (8.6)] без промедления.

Если полный анализ не может быть выполнен в течение (24 ± 1) ч, то перед анализом экстракт выдерживают при температуре (–18 ± 3) °С и тщательно прогревают до комнатной температуры.

Примечание 2 — Из-за своей матрицы отдельные амины, такие как 2,4-диаминотолуол и 2,4-диаминоанизол, проявляют нестабильность, особенно в метаноле. При возникновении задержки в рабочем процессе к моменту инструментального определения амины могут быть не обнаружены.

10.4 Проверка аналитической системы

Для проверки процедуры анализа некоторое количество аминов для получения x мг/дм^3 в качестве конечной концентрации вносят в реакционный сосуд, содержащий 15 см^3 буферного раствора (8.2).

Затем выполняют процедуру, изложенную в (10.3).

Степени извлечения аминов должны соответствовать следующим минимальным требованиям:

- амины № 1—4, № 7, № 9—17 и № 20—21: степень извлечения 70 %;
- амин № 8: степень извлечения 20 %;
- амины № 18, 19, 23 и 24: степень извлечения 50 %;
- амины № 5, 6 и 22, см. сноски к таблице 1.

11 Хроматографический анализ

Обнаружение ароматических аминов может быть выполнено с использованием хроматографических методов, перечисленных в 7.7. Можно использовать и другие проверенные методы. Количественное определение ароматических аминов осуществляют с помощью ВЭЖХ/ФДМД или ВЭЖХ/МСД, или КГХ/МСД. При использовании капиллярной газовой хроматографии применяют внутренние стандарты, описанные в 8.9.4.

Если какой-либо амин обнаружен одним хроматографическим методом, то подтверждение должно быть выполнено с использованием одного или нескольких альтернативных методов. Результат считают положительным, только если оба метода дают положительный результат.

12 Калибровка

Для калибровки используют стандартный раствор (8.9.2) для приготовления по крайней мере трех калибровочных растворов в диапазоне от 2 мкг/см^3 до 30 мкг/см^3.

13 Оценка результатов

13.1 Расчет содержания амина в образце

Концентрацию амина вычисляют на основании площадей пика отдельных компонентов амина. Содержание амина вычисляют как массовую долю, w, в миллиграммах отдельного компонента на килограмм (мг/кг) материала из кожи, по формуле:

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

где ρ_c — концентрация амина в калибровочном растворе в мкг/см^3;

A_s — площадь пика амина в растворе образца, в единицах площади;

A_c — площадь пика амина в калибровочном растворе, в единицах площади;

V — объем образца согласно 10.3 (конечный объем образца), см^3; здесь: 2 см^3;

m_E — масса образца кожи, г.

13.2 Надежность метода

Информация о надежности метода представлена в приложении В.

14 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен ссылаться на данный официальный метод и содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт (то есть ГОСТ ISO 17234-1);

b) идентификацию образца;

c) процедуру отбора образцов;

d) любые отклонения от аналитической процедуры, в частности любые выполненные дополнительные действия;

e) описание аналитических методов, используемых для обнаружения и подтверждения;

f) дату испытания;

g) результаты анализа аминов в миллиграммах на килограмм (см. раздел 13), индивидуально перечисленные и представленные в соответствии с пороговыми значениями идентификации следующим образом:

В случае, если уровень аминового компонента ≤30 мг/кг:

Согласно выполненному анализу, азокрасители, высвобождающие перечисленные ароматические амины, не были обнаружены.

В случае, если уровень содержания аминового компонента >30 мг/кг:

Результаты анализа показывают, что представленная кожа была изготовлена или обработана с использованием азокрасителей, способных высвобождать один или несколько из перечисленных аминов.

В случае, если уровень 4-аминодифенила и/или 2-нафтиламина >30 мг/кг:

При использовании этого аналитического метода обнаружены 4-аминодифенил и/или 2-нафтиламин. Без дополнительной информации, согласно нынешнему уровню знаний, невозможно однозначно подтвердить, что были использованы азокрасители, способные высвобождать амины.

Следует проявлять осторожность при интерпретации содержания аминов менее 30 мг/кг, поскольку это может быть связано с ложноположительными результатами. Для интерпретации результатов см. приложение С.

Приложение А
(справочное)

Хроматографические анализы

А.1 Предварительное замечание

Поскольку хроматографическое оборудование (7.7) лабораторий может быть различным, для хроматографических анализов невозможно предоставить общие инструкции. Следующие параметры были успешно испытаны и использованы.

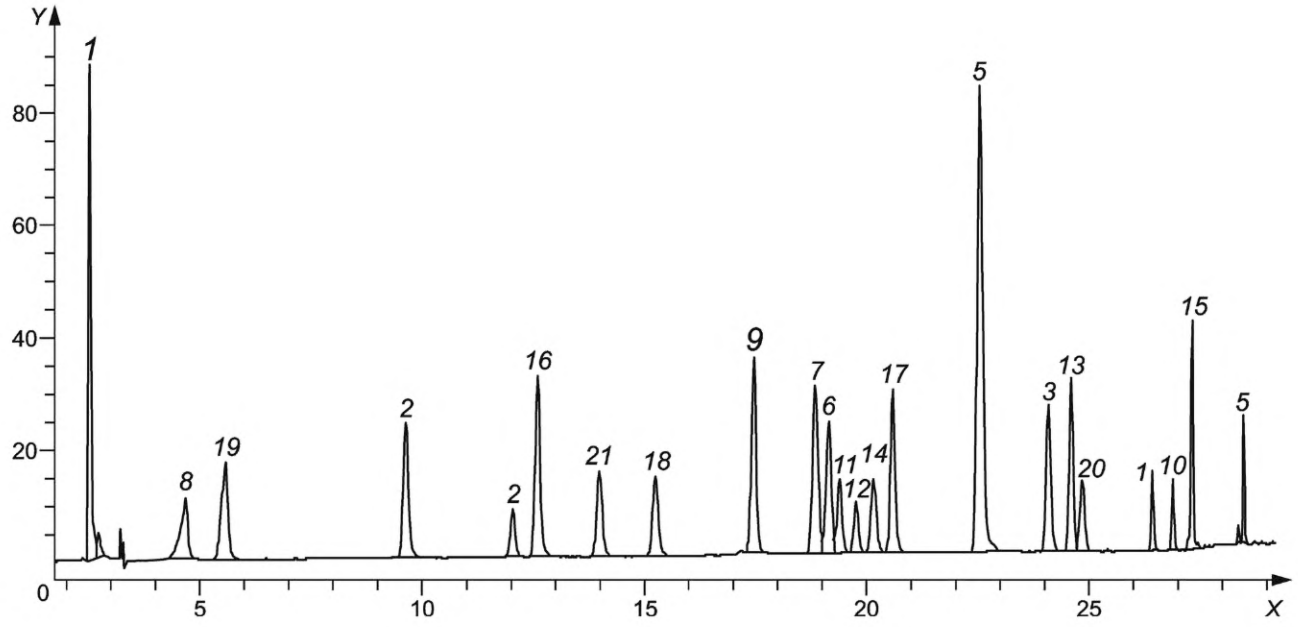
А.2 Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ)

А.2.1 Высокоэффективная жидкостная хроматография/фотометрический детектор с диодной матрицей (ВЭЖХ/ФДМД)

Элюент 1:	Метиловый спирт;
Элюент 2:	0,575 г дигидрофосфата аммония + 0,7 г гидрофосфата натрия в 1000 $см^3$ воды, pH = 6,9;
Неподвижная фаза:	LiChrospher 60 RP-select B (5 мкм), длина: 250 мм × внутренний диаметр: 4,6 мм;
Скорость потока:	от 0,7 до 1,0 $см^3$/мин;
Градиент:	Начало: 15 % элюента 1, линейное увеличение до 80 % элюента 1 в течение 45 мин;
Температура колонки:	40 °С;
Объем впрыска:	0,01 $см^3$;
Детектирование	ФДМД, спектрограф;
Количественное определение	при 240, 280 и 305 нм.

Примечание — LiChrospher 60 RP-select B является примером подходящего продукта, имеющегося в продаже. Данная информация приведена исключительно для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение данного продукта со стороны ISO. Эквивалентные продукты могут быть использованы, если может быть доказано, что они приводят к тем же результатам.

Пример представлен на рисунке А.1.



X — время, мин; *Y* — поглощение в а.е.м.(mAU) при 240 нм; *1* — 1,4-фенилендиамин; *2* — анилин

Примечание — Для ароматических аминов с 1 по 21 см. таблицу 1 (ароматические амины 23 и 24 не показаны).

Рисунок А.1 — Хроматограмма ВЭЖХ-ФДМД

А.2.2 Высокоэффективная жидкостная хроматография/масс-селективный детектор (ВЭЖХ/МСД)

Элюент 1: ацетонитрил;

Элюент 2: ацетат аммония в 1000 $см^3$ воды, 5 ммоль, pH 3,0

Неподвижная фаза: C18 (3,5 мкм); длина: 50 мм, внутренний диаметр: 2,1 мм;

Скорость потока: 0,3 $см^3$/мин;

Градиент: см. таблицу А.1;

Температура колонки 40 °C;

Объем впрыска: 0,002 $см^3$;

Детектирование: квадрупольный и/или масс-детектор с ионной ловушкой, режим сканирования и/или МСД — детектирование дочерних ионов МСД; ФДМД: длины волн см. А.2.1;

Распыляемый газ: азот (в баллонах/генератор);

Ионизация: API электроспрей положительный, фрагментор 120 В

Таблица А.1 — Программа градиента

Время, мин	Элюент 1, %	Элюент 2, %
0	10	90
1,5	20	80
7,5	90	10

А.3 Капиллярная газовая хроматография (КГХ/МСД)

Капиллярная колонка:	средняя полярность, например SE 54 или DB 5, длина: 50 м, внутренний диаметр: 0,32 мм, толщина пленки: 0,5 мкм;
Система ввода:	сплит/без деления;
Температура инжектора:	250 °С;
Газ-носитель:	гелий;
Температурная программа:	70 °С (2 мин), от 70 °С до 280 °С (10 °С/мин), 280 °С (5 мин);
Объем впрыска:	1,0 $см^3$, без деления 2 мин;
Детектирование:	МС, сканирование от 45 а.е.м до 300 а.е.м.

А.4 Капиллярный электрофорез (КЭ/ФДМД)

0,25 $см^3$ испытуемого раствора (10.3) смешивают с 0,05 $см^3$ соляной кислоты (c = 0,01 моль/$дм^3$) и пропускают через мембранный фильтр (0,2 мкм). Этот раствор анализируют с помощью капиллярного зонального электрофореза.

Капилляр 1:	56 см, без покрытия, внутренний диаметр 50 мкм, с увеличенной длиной оптического пути;
Капилляр 2:	56 см, покрытый поливиниловым спиртом (ПВС), внутренний диаметр 50 мкм, с увеличенной длиной оптического пути;
Буферный раствор:	фосфатный буферный раствор (c = 50 ммоль/$дм^3$), pH = 2,5;
Температура колонки:	25 °С;
Напряжение:	30 кВ;
Время впрыска:	4 с;
Время опорожнения:	5 с;
Детектирование:	ФДМД при 214, 240, 280. 305 нм, спектрограф.

А.5 Тонкослойная хроматография (ТСХ); ВЭТСХ или ТСХ только для полуколичественного подтверждения

А.5.1 Общие положения

Пластины (ВЭТСХ):	силикагель 60 с флуоресцентным индикатором F254, (20 × 10) см;
Объем исследуемого раствора:	0,005 $см^3$, наносится в виде линии автоматическим аппликатором;
Подвижный растворитель 1:	хлороформ/уксусная кислота (90 + 10) частей по объему;
Пластины (ТСХ):	силикагель 60 (20 × 10) см, заполненные ячейки;
Объем исследуемого раствора:	0,01 $см^3$, наносится точечно с помощью автоматического аппликатора;
Подвижный растворитель 2:	хлороформ/этилацетат/уксусная кислота (60 + 30 + 10) частей на объем;
Подвижный растворитель 3:	хлороформ/метанол (95 + 5) частей на объем;
Подвижные растворители 2 и 3:	Последовательно один за другим без просушивания пластин.

Детектирование:	1) ультрафиолетовая (УФ) лампа;
	2) после последовательной обработки реактивами 2 и 3 время реакции приблизительно 5 мин.
Реактив 1:	0,1 % нитрита натрия ($NaNO_2$) в гидроксиде калия (KOH) (c = 1 моль/$дм^3$);
Реактив 2:	0,2 % α-нафтола в гидроксиде калия (KOH) (c = 1 моль/$дм^3$);
Реактив 3:	0,5—1,0 % сульфамата аммония в метиловом спирте.

А.5.2 Процедура дериватизации

После проявления пластинки для TLC ее необходимо просушить на воздухе или с помощью ручной сушилки горячим воздухом (например, феном) в течение минуты или двух. Затем пластинку погружают в реактив 1 в течение от 30 с до 1 мин, затем сразу же погружают в реактив 3 на время от 30 с до 1 мин. Пластинку сушат, как и раньше, а затем погружают в реагент 2 на 1 мин. Пластинку сушат горячим воздухом. Вместо погружения возможно также распыление реактивов на пластинку с помощью распылителя.

Приложение В
(справочное)

Надежность метода

Данные, указанные в таблице В.1, получены в ходе межлабораторных совместных испытаний различных видов кож. Данные получены с помощью ВЭЖХ с ФДМД. Образцы измельчали согласно ISO 4044. Для жидкофазной экстракции использовались колонки MerckTM типа EXtrelut® NT201.

Таблица В.1 — Результаты межлабораторных испытаний. Данные прецизионности

Образец кожи	Обнаруженные амины	Среднее значение, мг/кг	Повторяемость, r, мг/кг	Воспроизводимость, R, мг/кг
A	Бензидин	13,5	5,4	8,4
	3,3'-Диметоксибензидин	15,4	4,4	6,4
	3,3'-Диметилбензидин	20,5	7,1	9,5
B	Бензидин	12,9	3,8	8,9
	о-Толуидин	37,5	15,4	38,5
C	3,3'-Диметилбензидин	25,6	8,0	17,0
	о-Толуидин	50,1	20,2	42,1
D	Бензидин	16,5	3,0	7,1

Приложение С
(справочное)

Руководство по оценке. Интерпретация аналитических результатов[1)]

С.1 Общие положения

С.1.1 Общие положения

Настоящее приложение содержит дополнительные технические указания, но не ставит под сомнение результаты, полученные в соответствии с процедурой, описанной в настоящем документе.

Поскольку получение аминов в очень малых количествах может привести к ложно-положительным результатам, приложение XVII Регламента REACH 1907/2006 устанавливает предельное значение 30 мг/кг образца материала. Данное значение применяют только к отдельной испытуемой пробе.

Если обнаруженное количество амина превышает 30 мг/кг, можно предположить, что был использован азокраситель, выделяющий амины (см. таблицу 1). Если количество ниже 30 мг/кг, то в настоящее время невозможно сделать надежное заявление об использовании некоторых азокрасителей, выделяющих амины (см. таблицу 1), без дополнительной информации, такой как тип и/или чистота используемых красителей или использование сырьевых материалов.

Назначают пробу с уменьшенной массой в качестве второстепенного компонента и сообщают о большей неопределенности ввиду более низкой однородности материала.

В связи с существованием изомеров для некоторых целевых аминов (см. таблицу С.1) лаборатория должна удостовериться, что хроматографические и спектральные характеристики обнаруженных аналитов эквивалентны стандартным аминам.

С.1.2 Определение 4-аминоазобензола

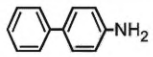
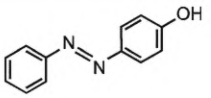
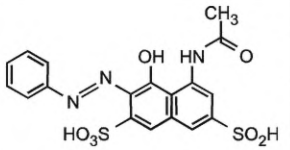
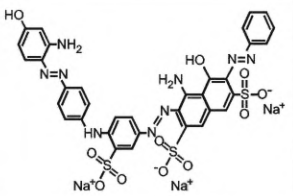
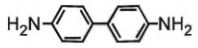
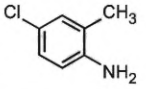
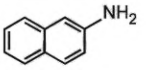
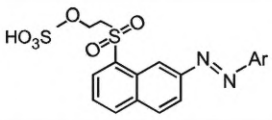
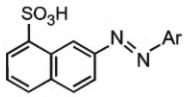
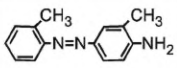
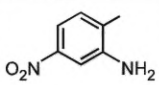
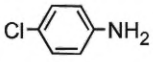
Азокрасители, способные образовывать 4-аминоазобензол, генерируют в условиях этого метода анилин и 1,4-фенилендиамин. Из-за пределов обнаружения и извлечения 1,4-фенилендиамина может быть обнаружен только анилин. Если анилин обнаружен в количестве более 5 мг/кг в комбинированной испытуемой пробе, состоящей из трех частей, в таком случае присутствие красителей, выделяющих 4-аминоазобензол, должно быть определено в соответствии с ISO 17234-2.

С.1.3 Ложноположительные результаты

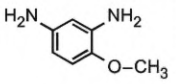
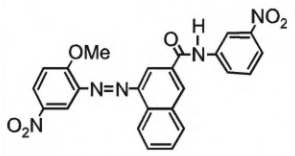
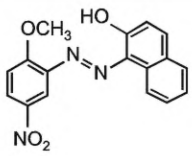
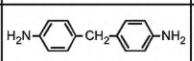
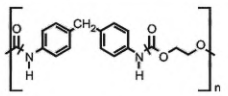
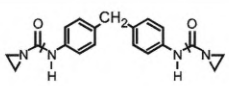
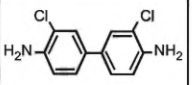
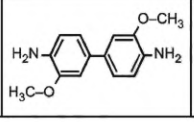
В таблице С.1 представлены вещества, способные дать ложноположительные результаты (включая интерференцию изомеров).

[1)] Из ИСО 14362-1:2017, Приложение С.

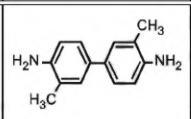
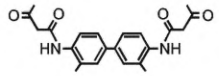
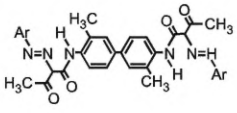
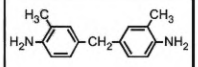
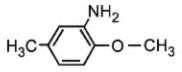
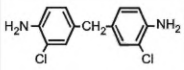
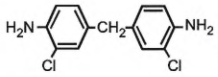
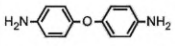
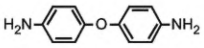
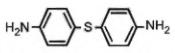
Таблица С.1 — Перечень возможных причин появления ложноположительных результатов

№	CAS no.	Перечень ароматических аминов		Причины и вещества при ложноположительных результатах испытания		Пояснения
		Химическое название	Химическая структура	Химическое название/номер изомера	Химическая структура	
1	92-67-1	бифенил-4-иламин 4-амино-бифенил п-ксениламин		Сольвентный Желтый 7 (SY7) = 4-фенилазофенол = 4-гидроксиазо-бензол		Обнаружение только аминобифенила является необычным. Такие результаты могут быть получены из красителей, которые образуют 4-аминобифенил во время процедуры путем молекулярной перестройки. Перечислены три красителя такого рода.
				Кислотный красный 1(AR1)		
				Прямой черный 168		
2	92-87-5	бензидин				Дальнейших действий не требуется
3	95-69-2	4-хлор-о-толуидин		Всего 10 изомеров		Необходимо разделять изомеры
4	91-59-8	2-нафтиламин		Активный Красный 174		Возможна десульфонизация — низкая коммерческая значимость
				Красители на основе кислоты Тобиаса		Важно проследить за примесями 2-нафтиламина
				Всего 2 изомера		Необходимо разделять изомеры
5	97-56-3	о-аминоазотолуол 4-амино-2',3-диметилазобензол 4-о-толилазо-о-толуидин				Обнаруживается как о-толуидин. См. № 18.
6	99-55-8	5-нитро-о-толуидин 2-амино-4-нитротолуол				Обнаруживается как 2,4-толуилендиамин. См. № 19
7	106-47-8	4-хлоранилин		Всего 3 изомера		Необходимо разделять изомеры

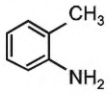
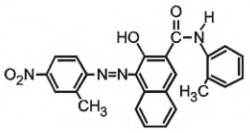
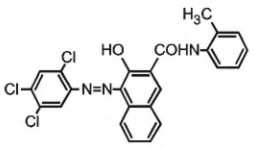
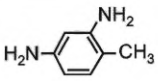
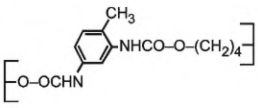
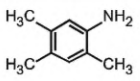
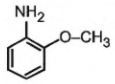
Продолжение таблицы С.1

№	CAS no.	Перечень ароматических аминов		Причины и вещества при ложноположительных результатах испытания		Пояснения
		Химическое название	Химическая структура	Химическое название/номер изомера	Химическая структура	
8	615-05-4	4-метокси-м-фенилен-диамин 2,4-диамино-анизол		Пигмент Красный 23		Два шага разложения: 1) шаг к 2-метокси-5-нитроанилину, 2) шаг к 4-метокси-м-фенилендиамину. Два красителя с азо-связью 2-метокси - 5-нитроанилина (см. С.2.1.1 и С.2.1.2.3).
				Пигмент Оранжевый 3		
				Всего 6 изомеров		Необходимо разделять изомеры
9	101-77-9	4,4′-метилен-дианилин 4,4′-диами-нодифенил-метан		Полиуретановые полимеры 4,4′-метилендифенил-диизоцианата (МДИ)		Пены и фиксаторы печати, форполимеры, высокотемпературное расщепление подтверждают результат КГХ методом ТСХ.
				N, N′-(метилен-ди-п-фенилен) бис (азиридин-1-карбоксамид)		Связующее вспомогательное средство для печати
10	91-94-1	3,3′-дихлор-бензидин 3,3′-дихлор-бифенил-4,4′-илендиамин				Дальнейших действий не требуется. Информативно: комбинации пигмента Черного 7 с Пигментом Оранжевого 13 или Пигментом Оранжевого 34 высвобождают соответствующий амин.
11	119-90-4	3,3′-диметок-си-бензидин о-дианизидин				Дальнейших действий не требуется.

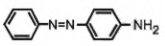
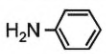
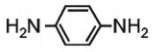
Продолжение таблицы С.1

№	CAS no.	Перечень ароматических аминов		Причины и вещества при ложноположительных результатах испытания		Пояснения
		Химическое название	Химическая структура	Химическое название/номер изомера	Химическая структура	
12	119-93-7	3,3′-диметил-бензидин 4,4′-би-о-толуидин		CI Азоидный соединительный компонент 5		Высокотемпературное расщепление амидов, результат КГХ подтверждают методом ТСХ.
				Красители на основе CI Азоидного соединительного компонента 5		
13	838-88-0	4,4′-метилен-ди-о-толуидин				Дальнейших действий не требуется (возможно соединение с похожими МС-спектрами, но разным временем удерживания)
14	120-71-8	6-метокси-м-толуидин п-кресидин		Всего 10 изомеров		Необходимо разделять изомеры
15	101-14-4	4,4′-метилен-бис-(2-хлор-анилин) 2,2′-дихлор-4,4’-метилен-дианилин		4,4′-метилен-бис-(2-хлор-анилин) 2,2′-дихлор-4,4′-метилен-дианилин		Сам амин является отвердителем для ТДИ-полиуретанов, полиуретановых смол и эпоксидных смол.
16	101-80-4	4,4′-оксидиа-нилин		4,4′-оксидианилин		Сам амин является отвердителем эпоксидных смол и термореактивных смол, использующих вязкие предполимерные композиции, которые необратимо превращаются в неплавкую полимерную сеть при отверждении, вызванном теплом или радиацией
17	139-65-1	4,4′-тиоди-анилин				Дальнейших действий не требуется

Продолжение таблицы С.1

№	CAS no.	Перечень ароматических аминов		Причины и вещества при ложноположительных результатах испытания		Пояснения
		Химическое название	Химическая структура	Химическое название/номер изомера	Химическая структура	
18	95-53-4	о-толуидин 2-амино-толуол		Пигмент Красный 12		Высокотемпературное расщепление в КГХ-инжекторе. Дополнительно перечислены два красителя этого вида. Подтверждают результат КГХ методом ТСХ.
				Пигмент Красный 112		
				Всего три изомера		Необходимо разделять изомеры. Трудное КГХ-разделение, другая полярность или медленная скорость увеличения температуры, или разделение с помощью метода ТСХ
19	95-80-7	4-метил-м-фенилен-диамин 2,4-толуилен-диамин 2,4-диамино-толуилен		Полиуретановые полимеры 2,4-толуилен-диизоцианата (ТДИ)		Пены и фиксаторы печати, предполимеры.
				Всего шесть изомеров		Необходимо разделять изомеры.
20	137-17-7	2,4,5-триметил-анилин		Всего шесть изомеров		Необходимо разделять изомеры.
21	90-04-0	о-анизидин 2-метокси-анилин				Высокотемпературное расщепление в КГХ-инжекторе. Результат КГХ подтверждают методом ТСХ
				Всего три изомера		Необходимо разделять изомеры.

Окончание таблицы С.1

№	CAS no.	Перечень ароматических аминов		Причины и вещества при ложноположительных результатах испытания		Пояснения
		Химическое название	Химическая структура	Химическое название/номер изомера	Химическая структура	
22	60-09-3	4-амино-азобензол				4-аминоазобензол — это азокраситель, который называют «Сольвентный желтый 1». Подробно в ISO 17234-2
Другие подходящие амины						
	62-53-3	анилин				Подробно в ISO 17234-2
	106-50-3	1,4-фенилен-диамин		Всего три изомера		Необходимо разделять изомеры.

В этом контексте рекомендуется сообщать аналитические результаты следующим образом:

С.1.4 В случае, если уровень аминового компонента ≤30 мг/кг:

Согласно выполненному анализу азокрасители, из которых получены один или несколько перечисленных аминов (см. таблицу 1) в результате расщепления их азогруппы/азогрупп, не были обнаружены в представленном продукте.

С.1.5 В случае, если уровень аминового компонента >30 мг/кг:

1) Указание содержания аминовых компонентов на уровнях >30 мг/кг.

2) Аналитический результат предполагает, что представленный продукт был произведен или обработан с использованием азокрасителя(ей), который может выделять один или несколько перечисленных аминов (см. таблицу 1) за счет расщепления их азогрупп(ы).

3) Возможны ложноположительные результаты; таблица С.1 содержит список их возможных причин. При подозрении на ложноположительные результаты руководство по процедурам и объяснения представлены в С.2.

С.2 Руководство по процедуре и объяснения возможных ложноположительных результатов

С.2.1 Ложноположительные результаты, вызванные хроматографическими проблемами

С.2.1.1 Ложноположительные результаты, вызванные наличием изомеров

Анализ 24 аминов и множества возможных изомеров является сложной задачей (таблица С.1). Многие амины имеют изомеры, которые могут давать ложноположительные результаты, если методика разделения не оптимизирована. Следует учитывать разделение целевого амина относительно его изомеров. Амины с более чем одной ароматической кольцевой системой также могут иметь изомеры, но это менее распространено, и разделение обычно происходит легче. Лаборатории обязаны обеспечить корректный результат.

С.2.1.2 Ложноположительные результаты, вызванные иными источниками, отличными от азокрасителей

С.2.1.2.1 Ложноположительные результаты, вызванные высокой температурой в ГХ-инжекторе

Амины 12, 18 и **21** иногда дают ложноположительные результаты в ГХ из-за высокотемпературного расщепления амидных связей красителей, а **амины 9** и **19** из-за высокотемпературного расщепления полиуретановых предполимеров. Необходимо количественное подтверждение результатов с помощью метода без КГХ.

С.2.1.2.2 Ложноположительные результаты, полученные в результате химической процедуры

Амины 9, 15, 16 и **19** иногда дают ложноположительные результаты из других источников, таких как полиуретан, сшиватели и другие вещества.

Простая процедура, позволяющая различать азо-связанный или несвязанный, состоит в том, чтобы повторить процедуру с водой вместо раствора дитионита натрия. Если результат сопоставим с тем, который достигается восстановительным расщеплением, значит, амин поступает из источника, отличного от азокрасителей.

При необходимости в качестве примера можно привести следующее объяснение:

(Наименование амина) был обнаружен в количестве (результат в мг/кг) в соответствии с процедурой, описанной в стандарте ISO 17234-1:2020. Однако при проведении процедуры без восстановителя был получен аналогичный результат. Таким образом, амин происходит из источника, отличного от азокрасителей. Запрещенные азокрасители, высвобождающие амины (таблица 1), не использовались.

С.2.1.2.3 Ложноположительные результаты, вызванные красителями

Такие **амины как 1, 4** и **8** могут быть косвенно получены во время процедуры (восстановительное расщепление дитионитом) из некоторых красителей, которые не содержат этих азо-связанных аминов. Нельзя провести четкого разграничения между этими красителями и запрещенными азокрасителями, высвобождающими амины (таблица 1).

Отсутствие запрещенных азокрасителей в испытуемом образце должно быть подтверждено документами (например, документальным сопровождением от красильщика или производителя красителя), основанными на информации о структуре красителя, чтобы квалифицировать соответствующие результаты как ложноположительные.

При необходимости в качестве примера можно привести следующее объяснение:

«Другие источники обнаруженного амина (название амина) могут способствовать получению результатов, происхождение которых не может быть доказано аналитически в лаборатории».

4-аминодифенил, 2-нафтиламин, 4-метокси-м-фенилендиамин: отсутствие запрещенных азокрасителей, высвобождающих амины (таблица 1), не могут быть достоверно определены без дополнительной информации, например химической структуры используемых красителей.

Примечание — 4-аминодифенил, 2-нафтиламин: изделие, из которого была отобрана испытуемая проба, может быть окрашено красителями, структура которых содержит несвязанные амины.

4-метокси-м-фенилендиамин: изделие, из которого была отобрана испытуемая проба, может быть окрашено азокрасителем, структура которого не содержит предварительно образованного 4-метокси-м-фенилендиамина. В ходе аналитической процедуры азокраситель высвобождает 2-амино-4-нитроанизол, который, в свою очередь, образует 4-метокси-м-фенилендиамин.

Приложение D
(справочное)

Процедура жидкостной экстракции без использования диатомовой земли (диатомита)

D.1 Предварительное замечание

Эта процедура описывает скрининговый метод обнаружения аминов, перечисленных в таблице 1, с использованием жидкостной экстракции без колонки диатомовой земли (7.3). Обнаружение любого указанного амина в количествах более 5 мг/кг и менее 100 мг/кг должно быть повторно проанализировано методом, описанным в настоящем документе, с использованием жидкостной экстракции колонками с диатомовой землей. Описание процедуры является полным, включая части, описывающие подготовку образцов, во избежание поиска перекрестных ссылок.

Аналогичный метод скрининга, такой, как описанный здесь, может быть использован, если он дает сопоставимые результаты с методом, описанным в настоящем приложении.

См. Раздел 9 для применения инструкций по подготовке образца для испытаний.

D.2 Дополнительно используемые реактивы

D.2.1 Хлорид натрия

D.2.2 Калибровочный раствор аминов для ежедневного применения

Разбавляют из исходного раствора (8.9.1 или 8.9.2) до концентрации ρ = 6,0 мкг каждого амина на миллилитр соответствующего растворителя. Для ГХ-МС анализа разбавляют внутренним стандартным раствором (D.2.3.1).

D.2.3 Калибровочные растворы аминов для количественного определения с концентрацией от 0,8 мкг до 20 мкг каждого амина на миллилитр соответствующего растворителя.

Для анализа ГХ-МС разбавляют внутренним стандартным раствором (D.2.3.1).

Примечание — Каждая лаборатория несет ответственность за выбор соответствующих концентраций для калибровки.

D.2.3.1 **Внутренний стандарт в растворе (ИС),** ρ = 10 мкг на 1 см^3 трет-бутилметилового эфира (8.5).

Для ГХ-МС анализа одним из следующих внутренних стандартов может быть также:

- ИС 1: нафталин-d8, CAS no.: 1146-65-2;
- ИС 2: 2,4,5-трихлоранилин (ТХА), CAS no.: 636-30-6;
- ИС 3: антрацен-d10, CAS no.: 1719-06-8.

D.2.3.2 **Внутренний стандартный раствор для последующего элюирования аминов:** бензидин-d8, CAS no.: 92890-63-6. ρ = 5 мкг бензидина-d8/мл в растворе D.2.3.1.

Бензидин-d8 (CAS 92890-63-6) является подходящим индикатором для интерференций в более поздней части ГХ хроматограммы.

Примечание — Если подтверждающий анализ бензидина проводится с помощью DAD или TLC, то использование бензидина-d8, CAS no.: 92890-63-6 нецелесообразно, поскольку пик не может быть отделен от недейтерированного бензидина.

D.3 Дополнительная аппаратура

D.3.1 Горизонтальный встряхиватель, способный работать с частотой 5 с$^{-1}$ и длиной пути от 2 см до 5 см.

D.3.2 Центрифуга, более 3000 об/мин.

D.4 Процедура

D.4.1 Подготовка образца

Подготавливают образец для испытания (раздел 9) таким образом, чтобы получить общую массу 1 г.

D.4.2 Обезжиривание

Образец кожи массой 1,0 г, разрезанный кусочками или измельченный, обрабатывают в закрытом подходящем для реакции сосуде (7.1) объемом 50 см^3 с 40 см^3 н-гексана (8.1) на ультразвуковой бане (7.6) при температуре (40 ± 2) °С в течение 40 мин.

Декантируют слой н-гексана из образца кожи. Следует избегать любой потери частиц кожи во время декантации. Выпаривают остаточный н-гексан по крайней мере в течение ночи в открытом сосуде.

D.4.3 Восстановительное расщепление

К образцу добавляют 15 см^3 буферного раствора (8.2), предварительно нагретого до (70 ± 2) °С.

Реакционный сосуд плотно закрывают и обрабатывают в течение (30 ± 1) мин при температуре (70 ± 2) °С.

Затем в реакционный сосуд добавляют 3 см^3 водного раствора дитионита натрия (8.3) для восстановительного расщепления азогрупп, затем сосуд хорошо встряхивают и сразу же снова выдерживают при (70 ± 2) °С в течение еще (30 ± 1) мин, после чего охлаждают до комнатной температуры (от 20 °С до 25 °С).

D.4.4 Разделение и концентрация аминов

В реакционный раствор добавляют 7 г хлорида натрия (D.2.1), 1,5 см^3 водного раствора гидроксида натрия (8.4), ИС (8.9.4) и 5 см^3 трет-бутилметилового эфира (8.5) и встряхивают в течение (15 ± 1) мин горизонтальным встряхивателем (D.3.1). Для полного разделения фаз после встряхивания рекомендуется центрифугировать смесь (D.3.2).

Если возможно, используют верхнюю фазу для определения аминов без стадии концентрации.

Для обнаружения и количественного определения аминов (см. D.4.6) экстракт трет-бутилметилового эфира можно концентрировать примерно до 1 см^3 (не до сухости) при температуре не более 50 °С. Если необходимо перейти на другой растворитель, удаляют остаток растворителя очень осторожно с помощью слабого потока инертного газа.

Примечание 1 — Удаление растворителя (концентрация в ротационном вакуумном испарителе, испарение до сухости) может привести к значительным потерям амина, если оно производится в неконтролируемых условиях.

Экстракт или остаток немедленно переносят в соответствующий растворитель, например ацетонитрил (8.7) или трет-бутилметиловый эфир (8.5), и без промедления анализируют. Если полный анализ не может быть выполнен в течение 24 ч, образец следует хранить при температуре ниже минус 18 °С.

Примечание 2 — Из-за своей матрицы отдельные амины, такие как 2,4-диаминотолуол и 2,4-диаминоанизол, проявляют нестабильность, особенно в метаноле. При возникновении задержки в рабочем процессе к моменту инструментального определения амины могут быть не обнаружены.

D.4.5 Обнаружение и количественное определение аминов

Обнаружение аминов может быть выполнено с использованием перечисленных хроматографических методов (7.7). Можно использовать и другие проверенные методы. Если какой-либо из ариламинов, перечисленных в таблице 1, обнаружен в концентрациях от 5 мг/кг до 100 мг/кг, необходимо провести повторный анализ пробы с использованием метода, описанного в разделе 10, затем строится по меньшей мере трехточечная калибровочная кривая для количественной оценки содержания аминов. Количественное определение осуществляется с помощью ВЭЖХ или ГХ-МС. Если при ГХ-МС-анализе извлечение индикаторного вещества бензидин-d8 (D.2.3.2) ниже 30 % от ожидаемого значения (из-за матричных эффектов или неизвестных причин), то амины могут быть не обнаружены. В этом случае ВЭЖХ-анализ проводится для следующих более поздних элюирующих аминов: 2, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16 и 17 (см таблицу 1).

D.4.6 Процедура проверки

Для проверки процедуры обезжиривают 1 г кожи без аминов. Затем выполняют процедуру, описанную в пунктах 10.2 и 10.3. При добавлении ТХА (8.9.4) добавляют определенное количество аминов, чтобы получить х мг/л в качестве конечной концентрации. Степени извлечения аминов должны соответствовать следующим минимальным требованиям:

амины № 1—4, 7, 9—17 и 20—21:	70 %
амины № 8:	20 %
амины № 18, 19, 23 и 24:	50 %
амины № 5, 6 и 22:	см. сноски к таблице 1
анилин:	70 %

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 и 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	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»*
ISO 4044	IDT	ГОСТ ISO 4044—2014 «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний»*
ISO 17234-2	IDT	ГОСТ Р ИСО 17234-2—2015 «Кожа. Химические испытания для определения содержания азокрасителей в окрашенной коже. Часть 2. Определение содержания 4-аминоазобензола»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.		

* Рекомендуется использовать действующие версии этих стандартов с учетом всех внесенных в данные версии изменений.

Библиография

[1] ISO 14362-:2017 Textiles — Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants — Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibres (Материалы текстильные. Методы определения некоторых ароматических аминов, выделяемых из азокрасителей. Часть 1. Обнаружение использования некоторых азокрасителей, выделяемых из волокон при экстракции или без экстракции)

[2] Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH), Annex XVII, in Regulation (EC) No. 1907/2006 of the European Parliament and of the Council of 18 December 2006, Official Journal of the European Union, L136, 29.5.2007. Available at https:// eur-lex. europa .eu/
(Регистрация, оценка, разрешение и ограничение химических веществ (REACH), Приложение XVII к Регламенту (ЕС) № 1907/2006 Европейского парламента и Совета от 18 декабря 2006, Официальный журнал Европейского Союза, L136, 29.5. 2007. Доступно на сайте: gost.e-ecolog.ru)

[3] GB 20400—2006 Leather and fur — Limit of harmful matter (Кожа и мех — Предел вредных веществ)

УДК 675.046.12:006.354 МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, химические испытания, определение содержания азокрасителей, ароматические амины, принцип, процедура, оценка, протокол испытаний

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 26.12.2022. Подписано в печать 10.01.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru