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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17234-2— 2022

КОЖА

Химические испытания для определения содержания азокрасителей в окрашенной коже

Часть 2

Определение содержания 4-аминоазобензола

(ISO 17234-2:2011, 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, применения, 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. № 1581-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17234-2—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17234-2:2011 «Кожа. Химические испытания для определения содержания некоторых азокрасителей в окрашенной коже. Часть 2. Определение содержания 4-аминоазобензола» («Leather — Chemical tests for the determination of certain azo colorants in dyed leathers — Part 2: Determination of 4-aminoazobenzene», 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, 2011
© 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 Общие положения 1
4 Принцип 2
5 Требования безопасности 2
6 Аппаратура 2
7 Реактивы 3
8 Отбор и подготовка образцов 3
9 Процедура 3
10 Оценка результатов 4
11 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Методы хроматографического анализа 6
Приложение В (справочное) Надежность метода 11
Приложение С (справочное) Руководство по оценке. Интерпретация результатов анализа 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 13
Библиография 14

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 2

Определение содержания 4-аминоазобензола

Leather. Chemical tests for the determination of azo colorants in dyed leathers.
Part 2. Determination of 4-aminoazobenzene

Дата введения — 2023—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт дополняет ISO 17234-1 и устанавливает специальный метод обнаружения в продукции некоторых азокрасителей, способных высвобождать 4-аминоазобензол. Данный метод также позволяет обнаружить 4-аминоазобензол (краситель сольвентный Желтый 1), уже присутствующий в качестве свободного амина в продукции, не прошедшей восстановительное расщепление.

Азокрасители, способные образовывать 4-аминоазобензол, генерируют в условиях, установленных в ISO 17234-1 для аминов, анилина и 1,4-фенилендиамина. Наличие красителей на основе 4-аминоазобензола невозможно надежно установить без дополнительной информации (например, химического состава использованного красителя) или без специальной методики.

Данным методом невозможно определить количественное содержание использованных азокрасителей, способных выделять в процессе восстановительного расщепления азогрупп(ы) один или несколько других ароматических аминов, приведенных в приложении XVII к Регламенту ЕС 1907/2006 Европейского парламента и Совета по регистрации, оценке, санкционированию и ограничению применения химических веществ [Council on the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (Регламент REACH)], за исключением 4-аминоазобензола.

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

3 Общие положения

Некоторые азокрасители способны высвобождать при восстановительном расщеплении азогрупп(ы) вещество 4-аминоазобензол, которое запрещено согласно приложению XVII Регламента (ЕС) № 1907/2006 Европейского Парламента и Совета, касающегося правил регистрации, оценки, санкционирования и ограничения химических веществ (REACH).

Издание официальное

Таблица 1 — 4-аминоазобензол, запрещенный Регламентом REACH 1907/2006/Приложение XVII

N	Номер по CAS	Номер по указателю	Номер в ЕС	Вещество
22	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-аминоазобензол

4 Принцип

После обезжиривания образец кожи обрабатывают дитионитом натрия в щелочном растворе при температуре 40°С в закрытом сосуде. 4-аминоазобензол, который высвобождается в процессе, с помощью жидкостной экстракции переводят в фазу трет-бутилметилового эфира. Аликвоту фазы трет-бутилметилового эфира используют для анализа.

Обнаружение и определение 4-аминоазобензола выполняют методом 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)].

Если 4-аминоазобензол обнаруживают одним хроматографическим методом, то подтверждение выполняют, используя один или несколько альтернативных методов. Количественное определение аминов проводят методом [ВЭЖХ/ФДМД (HPLC/DAD)].

5 Требования безопасности

5.1 Соединения 4-аминоазобензола относят к потенциальным канцерогенам для человека.

Взаимодействие с этими веществами, их утилизацию необходимо проводить в строгом соответствии с национальными правилами по здравоохранению и безопасности.

5.2 Пользователь несет ответственность за соблюдение техники безопасности при использовании данного метода испытаний и сопутствующих материалов. Необходимо проконсультироваться с изготовителями относительно получения дополнительной информации, например паспорта безопасности материалов, а также прочих рекомендаций.

5.3 Рекомендуется следовать правилам надлежащей лабораторной практики. В любом из помещений лаборатории при работе с порошкообразными красителями и 4-аминоазобензолом необходимо пользоваться защитными очками, противопылевыми респираторами и одноразовыми перчатками.

5.4 Пользователи должны соблюдать требования национальных и местных правил техники безопасности.

6 Аппаратура

Используют стандартное лабораторное оборудование, в частности следующее.

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

6.2 **Нагреватель,** обеспечивающий температуру (40 ± 2) °С.

6.3 **Сепаратор** со скоростью вращения более 3000 об/мин.

6.4 **Ротационный вакуумный испаритель.**

6.5 **Пипетки** требуемого размера или разные.

6.6 **Ультразвуковая баня** не менее 160 Вт, с регулируемым нагревом.

6.7 **Горизонтальный встряхиватель** с достаточной частотой 5 $с^{-1}$, длиной пути от 2 до 5 см.

6.8 **Полипропиленовый** или **полиэтиленовый шприц** объемом 2 $см^3$.

6.9 **Приборное оборудование для нижеперечисленных методов**

6.9.1 **Газовая хроматография (ГХ)** с масс-селективным детектором (МСД).

6.9.2 **Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ)** с градиентом элюирования и фотометрическим детектором на диодной матрице (ФДМД) или масс-селективным детектором (МСД).

6.9.3 **Тонкослойная хроматография (ТСХ)** или высокоэффективная тонкослойная хроматография (ВЭТСХ) с соответствующим детектированием.

6.9.4 **Капиллярный электрофорез (КЭ)** с детектором ФДМД.

Примечание — Описание оборудования приведено в приложении А.

7 Реактивы

Если нет иных указаний, применяют химические вещества аналитической чистоты.

7.1 **Гидроксид натрия.**

7.2 **Водный раствор дитионита натрия,** ρ = 200 мг/см^3 [1)], свежеприготовленный, для использования непосредственно после выдерживания в течение 1 ч в закрытом сосуде.

7.3 **Раствор гидроксида натрия,** w = 2 %[2)].

7.4 **н-гексан.**

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

7.6 **Хлорид натрия.**

7.7 **4-аминоазобензол,** сверхчистый.

7.8 **Внутренние стандарты для газовой хроматографии (ИС),** например:

- ИС 1: нафталин-d 8 (CAS No.: 1146-65-2);
- ИС 2: 2, 4, 5-трихлоранилин (CAS No.: 636-30-6);
- ИС 3: бензидин-d 8 (CAS No.: 92890-63-6);
- ИС 4: антрацен-d 10 (CAS No.: 1719-06-8).

7.9 **Стандартные растворы**

7.9.1 **Раствор внутреннего стандарта (ИС)** в *трет*-бутилметиловом эфире, ρ = 10,0 мкг/см^3.

7.9.2 **Калибровочный раствор 4-аминоазобензола** для проверки методики эксперимента и приготовления калибровочных растворов 4-аминоазобензола в метаноле, ρ = 500 мкг/см^3.

8 Отбор и подготовка образцов

Отбор образцов проводят в соответствии с ISO 2418, измельчение образцов кожи — в соответствии с ISO 4044. Если отбор образцов в соответствии с ISO 2418 невозможен (например, извлечение из готовых изделий — обуви, одежды, и т.п.), то способ отбора образцов должен быть описан 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.

9 Процедура

9.1 Обезжиривание

Кожу массой более 1,0 г, порезанную кусочками (площадью 25 мм^2), или измельченный образец кожи помещают в закрытый сосуд (6.1) вместимостью 50 см^3, обрабатывают порцией 20 см^3 н-гексана (7.4) в ультразвуковой бане (6.6) при температуре (40 ± 2) °С в течение 20 мин.

Декантируют слой н-гексана с образца кожи. Следует избегать потерь частиц кожи во время декантирования. Сразу после декантирования обрабатывают образец так же, как до этого, порцией 20 см^3 н-гексана. Выпаривают остаток н-гексана из открытого сосуда по меньшей мере в течение ночи.

9.2 Восстановительное расщепление

К образцу добавляют 9,0 см^3 раствора гидроксида натрия (7.3). Плотно закупоривают реакционный сосуд и энергично встряхивают. Все волокна материала кожи должны быть смочены.

Затем с помощью шприца (6.8) добавляют 1,0 см^3 водного раствора дитионита натрия (7.2). Образец и восстановительный раствор энергично встряхивают и выдерживают при температуре (40 ± 2) °С в течение точного интервала времени — 30 мин. Затем охлаждают до комнатной температуры (от 20 °С до 25 °С) в течение 1 мин водой или, если необходимо, охлаждающей смесью льда, воды и соли.

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

[2)] w — процентная концентрация по массе (массовая доля).

9.3 Отделение и концентрирование 4-аминоазобензола

Добавляют 5,0 см^3 *трет*-бутилметилового эфира (7.5) или 5,0 см^3 раствора внутреннего стандарта (7.9.1) в реакционный раствор. После этого добавляют 7,0 г хлорида натрия (7.6) и встряхивают смесь непрерывно в течение 45 мин, с частотой встряхивания f = 5 с$^{-1}$ (6.7). Для полного разделения фаз смесь после встряхивания центрифугируют.

Время задержки между охлаждением и встряхиванием не должно превышать 5 мин.

Для последующего анализа переносят аликвоту фазы трет-бутилметилового эфира в подходящую виалу, которую немедленно закрывают. Выполняют обнаружение и определение 4-аминоазобензола хроматографическими методами, перечисленными в 6.9.

РЕКОМЕНДАЦИЯ — Для некоторых методов анализа может потребоваться концентрирование экстракта, полученного по 9.3, или перенос его в другой подходящий растворитель (например, метанол). Рекомендуется концентрировать экстрагированную фазу *трет*-бутилметилового эфира до примерно 1,0 см^3 (не досуха) в вакуумном ротационном испарителе при небольшом разрежении и температуре не более 50 °С. Затем удалить остаток растворителя очень осторожно, без вакуума, посредством слабого потока инертного газа.

Примечания

1 Удаление растворителя (концентрирование в вакуумном ротационном испарителе, выпаривание досуха) может привести к значительным потерям 4-аминоазобензола, если выполнять процедуру без контроля.

2 По возможности, стараются избегать замены растворителя, поскольку в процессе анализа значительные потери анализируемого вещества могут произойти за счет матричных эффектов.

9.4 Калибровочный раствор

Добавляют 5,0 см^3 *трет*-бутилметилового эфира (7.5) или 5,0 см^3 раствора внутреннего стандарта (7.9.1) к 0,1 см^3 калибровочного раствора 4-аминоазобензола (7.9.2). Эту смесь используют для калибровки, поскольку извлечение 4-аминоазобензола при разделении фаз с использованием данной методики составляет от 95 % до 100 %.

9.5 Проверка аналитической системы

Для проверки данной методики 0,1 см^3 калибровочного раствора 4-аминоазобензола (7.9.2) обрабатывают в соответствии с 9.2 и 9.3. Степень извлечения 4-аминоазобензола должна быть не менее 60 %.

9.6 Хроматографический анализ

Обнаружение 4-аминоазобензола может быть выполнено с помощью хроматографических методов, перечисленных в 6.9. Можно также использовать другие подтвержденные методы. Количественное определение 4-аминоазобензола выполняют с помощью метода ВЭЖХ/ФДМД или КГХ/МСД. Если используют газовую хроматографию, то применяют соответствующие внутренние стандарты (7.8).

10 Оценка результатов

Количество 4-аминоазобензола обычно вычисляют с помощью компьютерной программы. Расчет можно осуществить вручную по площадям пиков.

10.1 Расчет с помощью внутреннего стандарта

Концентрацию 4-аминоазобензола рассчитывают как массовую долю, w, в миллиграммах на килограмм (мг/кг) образца, по следующей формуле:

$$w = \rho_c \cdot \frac{A_S \cdot A_{ISC} \cdot V}{A_C \cdot A_{ISS} \cdot m_E}, \quad (1)$$

где ρ_c — концентрация 4-аминоазобензола в калибровочном растворе в мкг/см^3;

A_S — площадь пика 4-аминоазобензола в растворе образца, в единицах площади;

A_C — площадь пика 4-аминоазобензола в калибровочном растворе, в единицах площади;

A_{ISS} — площадь пика внутреннего стандарта в растворе образца, в единицах площади[1)];

A_{ISC} — площадь пика внутреннего стандарта в калибровочном растворе, в единицах площади[1)];

V — объем образца согласно 9.3 (конечный объем образца), см^3; здесь: 5,0 см^3;

m_E — масса образца кожи, г.

10.2 Расчет без внутреннего стандарта

Концентрацию 4-аминоазобензола рассчитывают как массовую долю, w, в миллиграммах на килограмм (мг/кг) образца, по следующей формуле:

$$w = \rho_C \cdot \frac{A_S \cdot V}{A_C \cdot m_E}, \quad (2)$$

где ρ_C — концентрация 4-аминоазобензола в калибровочном растворе, (мкг/см^3);

A_S — площадь пика 4-аминоазобензола в растворе образца, в единицах площади;

A_C — площадь пика 4-аминоазобензола в калибровочном растворе, в единицах площади;

V — объем образца согласно 9.3 (конечный объем образца), см^3; здесь: 5,0 см^3;

m_E — масса образца кожи, г.

10.3 Надежность метода

Информация о надежности метода представлена в приложении В.

11 Протокол испытаний

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

a) ссылку на настоящий стандарт (т. е. ГОСТ ISO 17234-2);

b) вид, происхождение и обозначение образца (неполный образец, если таковой использовался);

c) дату поступления образца и дату проведения анализа;

d) процедуру отбора образцов;

e) способ обнаружения и метод количественного определения;

f) результаты анализа, такие как концентрация и предел обнаружения 4-аминоазобензола, в миллиграммах на килограмм (мг/кг). Следует быть внимательным в интерпретации результатов при получении значения 4-аминоазобензола менее 30 мг/кг (см. приложение С).

[1)] Количественный анализ с помощью ГХ/МСД.

Приложение А
(справочное)

Методы хроматографического анализа

А.1 Предварительное замечание

Поскольку оснащение (6.9) лабораторий может быть различным, для хроматографических анализов невозможно представить общие инструкции. Успешно испытываются и используются следующие параметры.

А.2 Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) (количественный метод)

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:	Zorbax SB-Phenyl[1)] (5 мкм); (250 × 4,6) мм;
Скорость потока:	от 0,7 до 1,0 $см^3$/мин;
Градиент:	см. таблицу А.1;

Таблица А.1 — Программа градиента

Время, мин	Элюент 1, %	Элюент 2, %
0	0	100
5	10	90
10	10	90
27	68	32
29	100	0

Температура колонки:	30 °С;
Объем впрыска:	0,01 $см^3$;
Детектирование:	ФДМД, спектрограф;
Количественный анализ:	при 240, 280, 305 и 380 нм.

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

Элюент 1:	ацетонитрил;
Элюент 2:	ацетат аммония в 1000 $см^3$ воды, 5 ммоль, уровень pH = 3,0;
Неподвижная фаза:	Zorbax Eclipse XDB C18[2)] (3,5 мкм); (50 × 2,1) мм;
Скорость потока:	0,3 $см^3$/мин;
Градиент:	см. таблицу А.2;

Таблица А.2 — Программа градиента

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

[1)] Zorbax SB-Phenyl является примером подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена исключительно для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение данного продукта со стороны ИСО.

[2)] Zorbax Eclipse XDB C18 является примером подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена исключительно для удобства пользователей настоящего стандарта и не указывает на предпочтение данного продукта со стороны ИСО.

Температура колонки:	40 °С;
Объем впрыска:	0,002 см^3;
Детектирование:	квадрупольная и/или масс-спектрометрическая ионная ловушка, режим сканирования и/или МС детектирование МС-дочернего иона; ФДМД: в отношении длины волны см. А.2.1;
Газ-спрей:	азот (в сосудах/генераторный);
Ионизация:	электрораспыление, положительное, по API, фрагментор 120 В.

А.3 Капиллярная газовая хроматография (КГХ/МСД) (количественный метод)

Капиллярная колонка:	ZB-5-(Zebron)[1)], длина: 30 м, внутренний диаметр: 0,25 мм, толщина пленки: 0,25 мкм
Система ввода:	без деления;
Температура инжектора:	250 °С;
Газ-носитель:	Гелий;
Температурная программа:	50 °С (3 мин), от 50 °С до 280 °С (15 °С/мин), 280 °С (6 мин);
Объем впрыска:	0,001 см^3, разделение 1 : 15;
Детектирование:	МС.

А.4 Капиллярный электрофорез (КЭ/ФДМД) (количественный метод)

0,2 см^3 испытуемого раствора (9.3) смешивают с 0,05 см^3 соляной кислоты HCl (c = 0,01 моль/дм^3) и пропускают через мембранный фильтр (0,0002 см^3). Этот раствор анализируют с помощью капиллярного зонального электрофореза.

Капилляр 1:	56 см, без покрытия, внутренний диаметр 50 мкм, с увеличенной длиной оптического пути;
Капилляр	56 см, покрытый поливиниловым спиртом (ПВС), внутренний диаметр 50 мкм, с увеличенной длиной оптического пути;
Буферный раствор:	фосфатный буферный раствор (с = 50 ммоль/л), pH = 2,5;
Температура колонки:	25 °С;
Напряжение:	30 кВ;
Время впрыска:	4 с;
Время опорожнения:	5 с;
Детектирование:	ФДМД 214, 254 нм, спектрограф.

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

А.5.1

Пластины (ВЭТСХ):	силикагель 60 с флуоресцентным индикатором F 254, (20 × 10) см;
Объем исследуемого раствора:	(0,002—0,005) см^3, наносится в виде капли;
Подвижный растворитель 1:	хлороформ/уксусная кислота (90 + 10) частей на объем.

А.5.2

Пластины (ТСХ):	силикагель 60 с флуоресцентным индикатором F 254, (20 × 20) см;
Объем исследуемого раствора:	0,01 см^3, наносится в виде линии;
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:	один за другим без просушивания пластин.

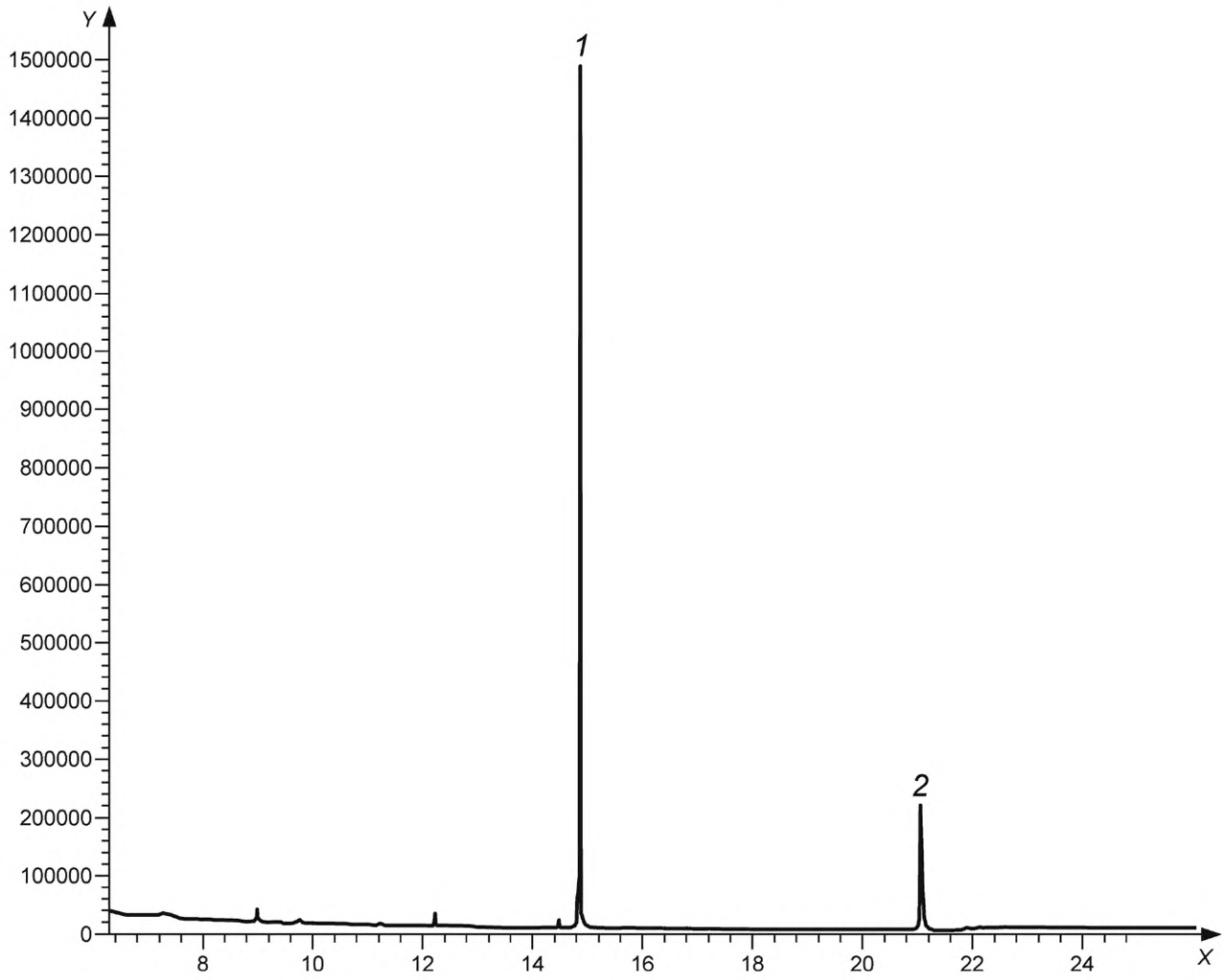
[1)] ZB-5-(Zebron) является примером подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена исключительно для удобства пользователей данного документа и не указывает на предпочтение данного продукта со стороны ИСО.

A.5.3

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

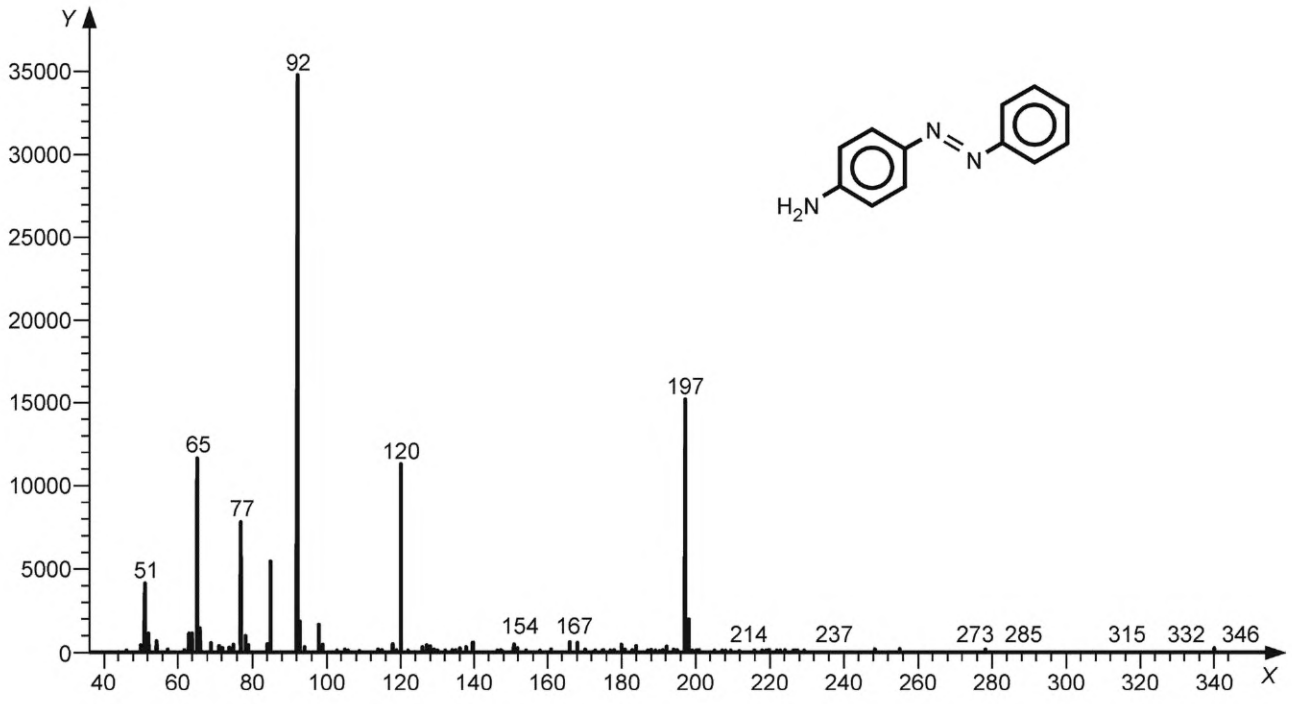
A.6 Примеры хроматограмм и спектров

Примеры хроматограмм и спектров показаны на рисунках А.1 — А.4.



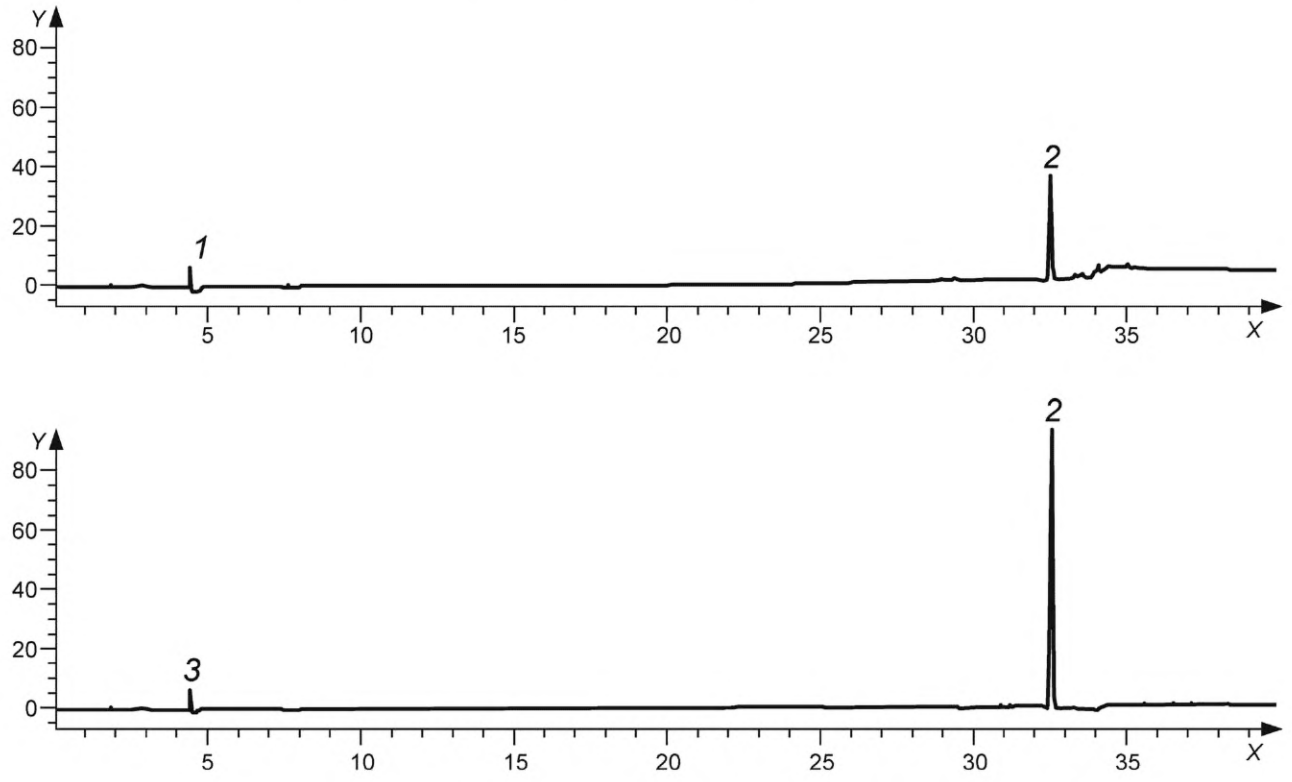
X — время; *Y* — относительные единицы; *1* — внутренний стандарт; *2* — 4-аминоазобензол

Рисунок А.1 — Хроматограмма общего ионного тока, 4-аминоазобензол, КГХ/МСД



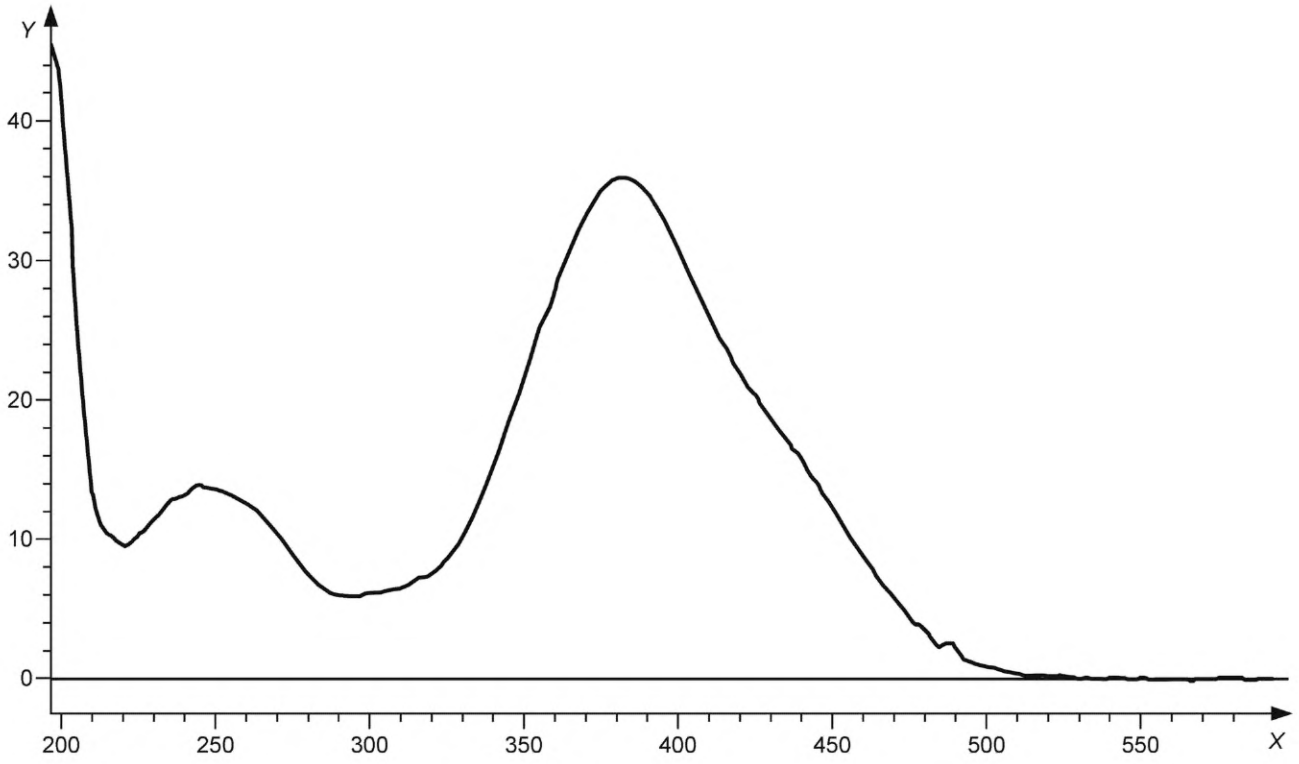
X — *m*/*z*; *Y* — относительные единицы

Рисунок А.2 — КГХ/МСД 70 эВ-спектр и структура 4-аминоазобензола



X — мин; *Y* — мЕОП (0,001 единицы оптической плотности); *1* — ФДМД А, сигнал = 240;
2 — 4-аминоазобензол; *3* — ФДМД В, сигнал = 380

Рисунок А.3 — Хроматограмма 4-аминоазобензола, ВЭЖХ/ФДМД; детектирование при 240 и 380 нм



X — нм; *Y* — мЕОП (0,001 единицы оптической плотности)

Рисунок А.4 — ВЭЖХ/ФДМД-спектр 4-аминоазобензола

Приложение В
(справочное)

Надежность метода

В таблице В.1 отражены результаты межлабораторных испытаний, выполненных для определения содержания 4-аминоазобензола в коже.

Таблица В.1 — Результаты межлабораторных испытаний. Определение концентрации образовавшегося 4-аминоазобензола в коже [1]

Параметр	Методика анализа	
	КГХ/МСД	ВЭЖХ
Число лабораторий-участниц	10	11
Число выбросов	2	2
Число лабораторий после исключения выбросов	8	9
Среднее значение, x, мг/кг	81,9	91,2
Повторяемость, r, мг/кг	21,4	27,1
Стандартное отклонение повторяемости. s_r, мг/кг	7,6	9,7
Воспроизводимость R, мг/кг	32,5	35,9
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, мг/кг	11,6	12,5

Данный официальный метод был разработан рабочей группой «Анализ запрещенных азокрасителей» немецкого учреждения BVL (*Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherh eit, Berlin Deutschland* — Федеральное ведомство по защите прав потребителей и безопасности пищевых продуктов) и оценен в межлабораторном испытании, в котором приняли участие 11 лабораторий.

a) В отношении оценки повторяемости и воспроизводимости результатов межлабораторных испытаний (по круговой схеме) необходимо учесть следующее:

1) межлабораторные испытания показали, что отношение красителя к восстановителю и «возраст» восстановителя могут оказывать решающее влияние на количественный результат. Следовательно, рекомендуется выполнять восстановительное расщепление в строгом соответствии с условиями, изложенными в 9.2 (время, температура и количество);

2) другим важным фактором является экстракция системы «жидкость — жидкость», например, разделение водной и органической фаз, для предотвращения дальнейшей реакции расщепления азогруппы 4-аминоазобензола. Поэтому настоятельно рекомендуется точно соблюдать условия, изложенные в 9.3.

b) Образец кожи для межлабораторных испытаний отобран из типового изделия, его измельчили и смешали с неокрашенной кожей. Таким образом можно снизить гомогенность материала.

c) Применение других подходящих внутренних стандартов может привести к более высокой повторяемости метода КГХ/МСД. Это условие, однако, не рассматривалось при оценке межлабораторных испытаний.

Приложение С
(справочное)

Руководство по оценке. Интерпретация результатов анализа

Поскольку получение аминов в очень небольших количествах может привести к ложным положительным результатам, приложение XVII Регламента REACH 1907/2006 устанавливает предельное значение как 30 мг/кг образца. Это значение применяется только к образцу материала, который является гомогенным по структуре и окрашиванию, а не к смешанному образцу гетерогенного состава.

Если обнаруженное количество 4-аминоазобензола превышает 30 мг/кг, можно предположить, что был использован определенный азокраситель. При концентрации ниже 30 мг/кг в настоящее время невозможно сделать авторитетное заявление об использовании определенных азокрасителей без получения дополнительной информации, такой, например, как тип и/или чистота использованных красителей или другого использованного сырья.

В этом контексте рекомендуется сообщать результаты анализа предлагаемым образом.

В случае, когда концентрация образовавшегося 4-аминоазобензола не более 30 мг/кг:

Согласно выполненному анализу азокрасителей, способных высвобождать 4-аминоазобензол в результате восстановительного расщепления азогрупп(ы), в представленном изделии обнаружено не было.

В случае, когда концентрация образовавшегося 4-аминоазобензола более 30 мг/кг:

Согласно выполненному анализу предполагается, что представленное изделие изготовлено или обработано с применением азокрасителей, запрещенных в соответствии с приложением XVII Регламента REACH 1907/2006.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 2418	IDT	ГОСТ ISO 2418—2013 «Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на устойчивость. Установление места отбора проб»*
ISO 4044	IDT	ГОСТ ISO 4044—2014 «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний»*
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] Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB B 82.02-9:2006-09 / BVL B 82.02-9:2006-09 Berichtigung 2008-04 — Nachweis der Verwendung von Azofarbstoffen, die 4-Aminoazobenzol freisetzen können (Официальный сборник процедур исследования в соответствии с § 64 LFGB B 82.02-9:2006-09/ BVL B 82.02-9:2006-09 Berichtigung 2008-04 — Доказательство использования азокрасителей, которые могут выделять 4-аминоазобензол)

[2] Regulation (EC) No. 1907/2006 of the European Parliament and of the Council concerning the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH), Annex XVII (Регламент ЕС No.1907/2006 Европейского парламента и Совета по регистрации, оценке, санкционированию и ограничению применения химических веществ (REACH), приложение XVII)

УДК 675.046.12:006.354 МКС 59.140.30 IDT

Ключевые слова: окрашенная кожа, азокраситель, 4-аминоазобензол, определение, принцип, процедура, оценка, протокол

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 26.12.2022. Подписано в печать 09.01.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч-изд. л. 1,90.

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