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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 17131— 2022

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение диметилформамида методом с использованием газовой хроматографии

**(EN 17131:2019,
Textiles and textile products — Determination of dimethylformamide (DMF),
method using gas chromatography,
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 Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 22 ноября 2022 г. № 156-П)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 апреля 2023 г. № 265-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 17131—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 17131:2019 «Текстиль и текстильные изделия. Определение диметилформамида (ДМФА), метод с использованием газовой хроматографии» («Textiles and textile products — Determination of dimethylformamide (DMF), method using gas chromatography», IDT).

Европейский стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 248 «Текстиль и изделия из текстиля» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного европейского стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© 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

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

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение диметилформамида методом с использованием газовой хроматографии

Textile materials and products. Determination of dimethylformamide by method using gas chromatography

Дата введения — 2023—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения количества экстрагируемого диметилформамида (ДМФА) в материалах и изделиях текстильных, содержащих полиуретановые и акриловые волокна.

Примечание — Дополнительная информация о материалах, для которых применим настоящий метод, приведена в таблицах 1 и 3 [2].

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)]:

EN ISO 4787, Laboratory glassware — Volumetric instruments — Method for testing of capacity and for use (ISO 4787) (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные приборы. Методы контроля вместимости и применения)

EN ISO 5089, Textiles — Preparation of laboratory test samples and test specimens for chemical testing (ISO 5089) (Текстиль. Подготовка образцов для лабораторных испытаний и проб для химического анализа)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте термины с соответствующими определениями отсутствуют.

Международные организации ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в области стандартизации, доступные по следующим адресам:

- Электропедия IEC доступна на gost.e-ecolog.ru ;
- платформа онлайн-просмотра ISO доступна на gost.e-ecolog.ru .

4 Сущность метода

Образец разрезают на мелкие кусочки и экстрагируют в ультразвуковой ванне метанолом в герметично закрытой виале при температуре 70 °С. Аликвотное количество экстракта анализируют на газовом хроматографе с масс-селективным детектором (ГХ-МС).

5 Реактивы

Если не указано иное, следует использовать реактивы со степенью чистоты «чистый для анализа» (ч.д.а.).

Издание официальное

5.1 Диметилформамид (ДМФА), CAS-номер: 68-12-2, наивысшей из доступной степени чистоты.

5.2 Диметилформамид-d7, CAS-номер: 4472-41-7, наивысшей из доступной степени чистоты.

5.3 Метанол, CAS-номер: 67-56-1.

5.4 Исходные растворы

5.4.1 Внутренний стандарт — исходный раствор (1 000 мг/дм^3)

Берут навеску 10 мг ДМФА-d7 (5.2) с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 10 мл, заполняют ее до метки метанолом (5.3) и перемешивают. Переносят содержимое в виалу из темного стекла с пробкой вместимостью 10 мл (6.6) и хранят в холодильнике при температуре 6 °С.

5.4.2 Внутренний стандарт — рабочий раствор (200 мг/дм^3)

Готовят раствор разбавлением исходного раствора (5.4.1) метанолом (5.3) в соотношении 1:5.

5.4.3 Целевое соединение — исходный раствор (1 000 мг/дм^3)

Берут навеску 10 мг ДМФА (5.1) с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 10 см^3, заполняют ее до метки метанолом (5.3) и перемешивают. Переносят содержимое в виалу из темного стекла с пробкой вместимостью 10 см^3 (6.6) и хранят в холодильнике при температуре 6 °С.

5.4.4 Целевое соединение — рабочий раствор (200 мг/дм^3)

Готовят раствор разбавлением исходного раствора (5.4.3) метанолом (5.3) в соотношении 1:5.

6 Оборудование

Используются лабораторное оборудование и лабораторная стеклянная посуда, указанные в EN ISO 4787, а также следующее.

6.1 Аналитические весы с точностью не менее 0,1 мг.

6.2 Стеклянная виала, герметично закрываемая завинчивающейся пробкой (вместимостью 20 см^3).

6.3 Ультразвуковая ванна с регулируемой температурой, подходящая для работы при температуре до 70 °С.

6.4 Мембранный фильтр из ПТФЭ, с размером пор 0,45 мкм.

6.5 Виала ГХ, с пробкой (вместимостью 2 см^3).

6.6 Виала из темного стекла, герметично закрываемая завинчивающейся пробкой (вместимостью 10 см^3).

6.7 Микропипетки.

6.8 Газовый хроматограф с масс-селективным детектором (ГХ-МС).

7 Отбор проб

7.1 Образцы

ДМФА является летучим веществом, следует принять меры для минимизации его потерь. Перед отправкой в лабораторию образцы рекомендуется по отдельности завернуть в алюминиевую фольгу.

7.2 Подготовка проб для испытаний

По возможности, отбор проб проводят в соответствии с EN ISO 5089. Образцы материалов измельчают до кусочков с длиной кромки от 0,3 до 0,5 см.

Примечание — Вместе можно испытать не более трех проб одного и того же материала, равных по массе, с учетом пределов обнаружения и количественной оценки.

8 Проведение испытаний

8.1 Экстракция

Взвешивают (1,0 ± 0,1) г пробы в стеклянной виале (6.2), записывают массу с точностью до 1 мг, добавляют 1 см^3 рабочего раствора внутреннего стандарта (5.4.2) и 9 см^3 метанола (5.3) и герметично укупоривают виалу. Пробу экстрагируют в ультразвуковой ванне при температуре (70 ± 5) °С в течение (60 ± 5) мин.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Не следует открывать виалу до охлаждения, поскольку содержимое может находиться под давлением.

После охлаждения до 27 °С или ниже раствор фильтруют через мембранный фильтр из ПТЭФ (6.4).

Аликвотное количество экстракта переносят в виалу ГХ-МСД (6.5) и укупоривают пробкой.

8.2 Определение с помощью ГХ-МС анализа

8.2.1 Подготовка калибровочных растворов

Для анализа готовят не менее трех калибровочных растворов ДМФА в соответствующих концентрациях, включая раствор внутреннего стандарта, рабочих растворов (5.4.2 и 5.4.4) в метаноле (5.3).

8.2.2 Определение с помощью ГХ-МС анализа

ДМФА, экстрагированный в соответствии с 8.1, определяют с помощью ГХ-МС (6.8).

Пример условий проведения хроматографии приведен в приложении А.

9 Вычисление и представление результатов

Строят калибровочный график отклика по отношению к стандартной концентрации (с поправкой на отклик по внутреннему стандарту). Из калибровочного графика интерполируют концентрацию ДМФА, в мкг/мл (ρ_s).

Содержание ДМФА вычисляют как массовую долю w, в мг/кг, по формуле

$$w = \frac{\rho_s \cdot V}{m_E},$$

где ρ_s — интерполированная концентрация ДМФА, мкг/мл;

V — объем экстракта, мл;

m_E — масса испытуемого материала, г.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) дату проведения испытания;

c) сведения, необходимые для полной идентификации испытуемой пробы;

d) условия подготовки и хранения пробы до испытания, при необходимости;

e) количество полученного экстрагированного ДМФА, в мг/кг;

f) любое отклонение от настоящего стандарта.

Приложение А
(справочное)

Предлагаемые параметры для определения ДМФА методом ГХ-МС

А.1 Измеряемый параметр

ДМФА анализируют методом ГХ-МС на одном квадруполе в режиме одновременного мониторинга выбранных ионов/сканирования (SIM/SCAN).

А.2 Условия проведения хроматографии

Колонка
Полярная стационарная фаза на основе полиэтиленгликоля.
Длина: 30 м.
Внутренний диаметр: 250 мкм.
Толщина пленки: 0,5 мкм.
Газ-носитель: гелий.
Печь
60 °С в течение 2 мин.
250 °С со скоростью 20 °С/мин.
250 °С в течение 2 мин.
Дозатор
240 °С в режиме без разделения потока и вводимым объемом 1 мкл.

А.3 Условия детектирования

Линия передачи: 240 °С.
Масс-спектрометр с одним квадруполем работает в режиме одновременного мониторинга выбранных ионов/сканирования (SIM/SCAN)
Диапазон масс SCAN составляет от 40 до 200 а.е.м.
Режим SIM фокусируется на ионах, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1 — Ионы квантификатора

Соединения	Ионы
ДМФА	73 (квантификатор)
	44 (квантификатор)
ДМФА-d7	80 (квантификатор)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских и международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского (международного) стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN ISO 4787 (ISO 4787)	—	*
EN ISO 5089 (ISO 5089)	IDT	ГОСТ ИСО 5089—2001 «Материалы текстильные. Подготовка проб для химических испытаний»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского (международного) стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] CEN ISO/TS 16189 Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Test method to quantitatively determine dimethylformamide in footwear materials (ISO/TS 16189) (Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и компонентах обуви. Метод испытания для количественного определения диметилформамида в обувных материалах)

[2] CEN/TR 16741:2015 Textiles and textile products — Guidance on health and environmental issues related to chemical content of textile products intended for clothing, interior textiles and upholstery (Текстиль и текстильные изделия. Руководство по проблемам охраны здоровья и окружающей среды, связанным с химическими веществами, содержащимися в текстильных изделиях, предназначенных для одежды, текстильных изделий внутренней отделки и обивки мебели)

[3] Regulation (EU) 2018/1513 amending Annex XVII to Regulation (EC) No 1907/2006 (REACH) by Entry 72 Available at gost.e-ecolog.ru
ENG&toc=OJ:L:2018:256:TOC (запись 72 размещена по адресу gost.e-ecolog.ru
TXT/uri=uriserv:OJ.L_.2018.256.01.0001.01.ENG&toc=OJ:L:2018:256:TOC)

УДК 677.014:006.35 МКС 59.080.01 IDT

Ключевые слова: материалы и изделия текстильные, диметилформамид, метанол, газовый хроматограф с масс-селективным детектором (ГХ-МС)

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 28.04.2023. Подписано в печать 15.05.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч-изд. л. 1,18.

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