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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 16778— 2024

Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук

ПЕРЧАТКИ ЗАЩИТНЫЕ

Определение диметилформамида

(EN 16778:2016, Protective gloves — The determination of Dimethylformamide in gloves, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

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 Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации») 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 30 августа 2024 г. № 176-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 октября 2024 г. № 1357-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16778—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16778:2016 «Перчатки защитные. Определение диметилформамида» («Protective gloves — The determination of Dimethylformamide in gloves», IDT).

Европейский стандарт разработан Техническим комитетом CEN/TC 162 «Защитная одежда, включающая защиту рук и кистей, и спасательные жилеты».

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

Дополнительные сноски в тексте стандарта, выделенные курсивом, приведены для пояснения текста оригинала

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 Сущность метода 1
4 Расходные материалы 1
5 Оборудование 2
6 Проведение испытания 2
7 Эффективность метода 5
8 Протокол испытаний 5
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного испытания 6
Библиография 7

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

Система стандартов безопасности труда.
Средства индивидуальной защиты рук

ПЕРЧАТКИ ЗАЩИТНЫЕ

Определение диметилформамида

Occupational safety standards system. Personal protective means of hands.
Protective gloves. The determination of dimethylformamide

Дата введения — 2025—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения диметилформамида (ДМФА — CAS-номер 68-12-2) в материалах перчаток.

Примечание — Для диметилформамида используют следующие сокращения: ДМФ, ДМФА, ДМФО.

Метод испытаний применяют к следующим материалам:
- материалы из полиуретана (ПУ) (за исключением эластана), материалы с полиуретановым покрытием (текстиль, кожа[1)]), полиуретановая пена, смешанные полиуретановые материалы;
- клеи (или клеевые материалы);
- все материалы, изготовленные методом погружения с использованием ДМФА.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте нормативные ссылки отсутствуют.

3 Сущность метода

Образец режут на мелкие куски и экстрагируют метанолом в герметичной колбе в ультразвуковой ванне. Выполняют анализ аликвоты экстракта методом ГХ-МС[2)].

4 Расходные материалы

4.1 Реактивы

Перечень веществ приведен в таблице 1.

Таблица 1 — Реактивы, используемые для анализа

Номер	Вещества	Номер CAS	Чистота
1	N, N-диметилформамид (ДМФА)	68-12-2	Сертифицированный стандарт (чистота не менее 95 %)
2	Диметилформамид-d7 (ДМФА-d7)	4472-41-7	Сертифицированный стандарт (чистота не менее 95 %)
3	Метанол	67-56-1	Для анализа (чистота не менее 95 %)

[1)] *Объектом стандартизации в рамках данного стандарта наиболее вероятно является искусственная (синтетическая) кожа.*

[2)] *Применяют метод газовой хроматографии — масс-спектрометрии (ГХ-МС).*

Издание официальное

4.2 Исходные растворы

4.2.1 Внутренний стандарт — исходный раствор (1000 мг/дм^3)

Взвешивают 100 мг ДФМА-d7 с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки метанолом и хранят при температуре 4 °С не более одного месяца.

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

Готовят раствор, разбавляя исходный раствор (см. 4.2.1) метанолом в пять раз. Условия хранения составляют не более одного месяца при температуре 4 °С.

4.2.3 Целевое соединение — исходный раствор (1000 мг/дм^3)

Взвешивают 100 мг ДФМА с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки метанолом и хранят при температуре 4 °С не более одного месяца.

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

Готовят раствор, разбавляя исходный раствор (см. 4.2.3) метанолом в пять раз. Условия хранения составляют не более одного месяца при температуре 4 °С.

4.2.5 Экстракционный раствор с добавлением 20 мг/дм^3 внутреннего стандарта

Добавляют 100 см^3 внутреннего стандарта — рабочего раствора (см. 4.2.2) в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят метанолом до метки. Допускается хранить раствор в контейнере при температуре 4 °С в течение шести месяцев.

5 Оборудование

В дополнение к стандартному лабораторному оборудованию:

5.1 Аналитические весы (с точностью не менее 0,1 мг).

5.2 Герметичная колба (например, колба Эрленмейера) с завинчивающейся крышкой и уплотнителем из ПТФЭ, вместимостью 250 см^3.

5.3 Ультразвуковая ванна, способная обеспечить температуру (70 ± 5) °С.

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

5.5 Флаконы[1)] с крышками из ПТФЭ для анализа методом ГХ-МС.

5.6 Мерные колбы вместимостью 10 см^3, 100 см^3, 1000 см^3.

5.7 Микропипетки и дозаторы вместимостью от 20 мм^3 до 200 см^3.

5.8 Газовый хроматограф с масс-детектором.

6 Проведение испытания

6.1 Отбор образцов

Образец должен включать как минимум одну пару перчаток.

6.2 Кондиционирование

После получения перчаток лаборатория упаковывает их в герметично закрываемый пластиковый пакет (например, полиэтиленовый) перед началом подготовительных операций. Не допускается использование вакуумной герметизации.

Если перчатки хранят перед испытанием более 24 ч, то температура хранения должна составлять (4 ± 3) °С.

Примечание — В ходе валидации в межлабораторном испытании продемонстрировано, что в течение пятнадцатидневного хранения в герметично закрываемом пластиковом пакете при температуре 4 °С существенных различий в результатах не наблюдалось.

Перед началом подготовки образец (в герметично закрываемом пластиковом пакете) кондиционируют в течение (24 ± 1) ч при температуре (23 ± 2) °С.

6.3 Подготовка

Образец достают из пластикового пакета.

От каждой перчатки из пары отрезают по куску, как показано на рисунке 1, чтобы получилось две испытуемые пробы.

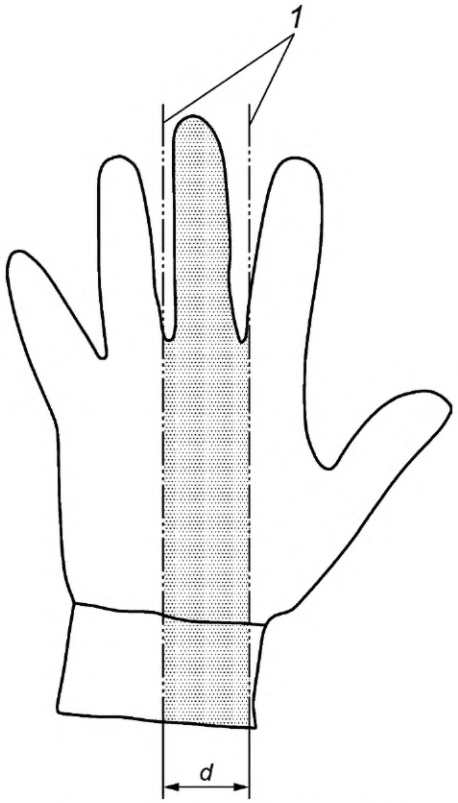
[1)] *В контексте настоящего стандарта под флаконами могут подразумеваться также виалы.*

Каждая испытуемая проба должна включать полный палец вместе с полосками из ладонной и тыльной стороны перчатки.

Пробы отбирают так, чтобы включить все материалы.

Каждую из двух испытуемых проб разрезают на куски размером приблизительно 10 × 10 мм.

Сразу же после с помощью аналитических весов (см. 5.1) взвешивают с точностью до 0,1 г каждую из двух разрезанных испытуемых проб.



1 — линия разреза; *d* = (30 ± 5) мм

Примечание — Заштрихованная область обозначает испытуемую пробу.

Рисунок 1 — Вырезание испытуемых проб

6.4 Экстракция

Экстрагирование начинают не позднее чем через (30 ± 5) мин после взвешивания испытуемых проб.

Помещают каждую испытуемую пробу в колбу Эрленмейера вместимостью 250 см^3 (см. 5.2). Добавляют сохраненный экстракционный раствор (см. 4.2.5) из расчета 10,0 см^3 на 1,0 г нарезанной испытуемой пробы. Экстрагирование выполняют в условиях надежной и газонепроницаемой герметизации.

Далее измеряемую пробу экстрагируют в течение 30 мин при температуре 70 °С в ультразвуковой ванне.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Экстрагирование при температуре 70 °С приводит к избыточному давлению и риску неконтролируемого выделения метанола и потери ДМФА.

После охлаждения до комнатной температуры фильтруют раствор через мембранный фильтр из ПТФЭ (см. 5.4). Аликвоту экстракта переносят во флакон для ГХ-МС и закрывают крышкой из ПТФЭ (см. 5.5).

Для предупреждения негерметичности флакон должен закрывать обученный персонал лаборатории.

6.5 Определение методом ГХ-МС

6.5.1 Калибровка

Для построения калибровочной кривой используют пять калибровочных точек, которые готовят в мерных колбах вместимостью 10 см^3, как указано в таблице 2. Включают в калибровочную кривую шестую калибровочную точку L0 в качестве результата холостого опыта.

Таблица 2 — Выполнение калибровки

Стандарт	L1	L2	L3	L4	L5
Объем рабочего раствора целевого соединения (см. 4.2.4), мм^3	25	50	100	250	500
Концентрация целевого соединения в растворе, мг/дм^3	0,5	1	2	5	10
Объем рабочего раствора внутреннего стандарта (см. 4.2.2), мм^3	1000	1000	1000	1000	1000
Концентрация внутреннего стандарта в мг/дм^3	20	20	20	20	20
Стандарт[1)]	L1	L2	L3	L4	L5
Примечание — Мерные колбы заполняют метанолом до метки. [1)] *В данном случае под стандартом понимают калибровочную точку.*					

6.5.2 Примеры инструментального метода

6.5.2.1 Метод измерения

Рекомендуемые параметры для определения ДМФА с помощью ГХ-МС.

Параметры измерения: ДМФА определяют с помощью анализа методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с помощью одинарного квадрупольного масс-спектрометра в синхронном режиме SIM/SCAN.

6.5.2.2 Условия хроматографии

a) Колонка:
- полярная неподвижная фаза на основе полиэтиленгликоля;
- длина: 30 м;
- внутренний диаметр: 250 мкм;
- толщина пленки: 0,5 мкм.

Допускается использование альтернативной колонки, если она имеет такие же характеристики;

b) несущий газ:
- гелий;

c) печь:
- 60 °C в течение 2 мин;
- 250 °C при 20 °C/мин;
- 250 °C в течение 2 мин;

d) инжектор:
- 240 °C без деления потока, с объемом инъекции 1 мм^3.

6.5.2.3 Условия детектирования

a) Переходная линия: 240 °C:
- одинарный квадрупольный масс-спектрометр в синхронном режиме SIM/SCAN;
- диапазон массы в режиме SCAN от 40 а.е.м. до 200 а.е.м.

Таблица 3 — Основные ионы в режиме SIM

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

6.6 Количественное определение[1)]

Функцию линейной регрессии определяют по соотношениям (A_e/A_{is}) и (C_e/C_{is}) с помощью следующей формулы:

$$\left(\frac{A_e}{A_{is}}\right)=a\cdot\left(\frac{C_e}{C_{is}}\right)+b,$$

где A_e — площадь пика диметилформамида;
A_{is} — площадь пика диметилформамида-d7;
C_e — концентрация диметилформамида в калибровочном стандарте, мкг/дм^3;
C_{is} — концентрация диметилформамида-d7 в калибровочном стандарте, мкг/дм^3;
a — угол наклона линейной функции;
b — точка пересечения оси ординат калибровочной кривой, мг/дм^3.

Содержание ДМФА рассчитывают как массовую долю W[2)] в мг/дм^3 в соответствии со следующей формулой:

$$W=\left(\frac{V}{m}\right)\cdot\frac{\frac{A_{ech}}{A_{is}}-b}{a}\cdot C_{is},$$

где W — содержание диметилформамида в образце для испытаний, мг/дм^3;
V — объем растворителя, используемого для экстракции, см^3 (в большинстве случаев равен 10 см^3);
m — масса образца для испытаний, г;
A_{ech} — площадь пика диметилформамида в образце;
A_{is} — площадь пика диметилформамида-d7 в образце;
C_{is} — концентрация диметилформамида-d7 в образце, мкг/дм^3;
a — угол наклона линейной функции;
b — точка пересечения оси ординат калибровочной кривой. Единицы измерения зависят от обработки результатов.

6.7 Результаты

В протоколе испытаний указывают каждый результат определения.

Конечным результатом является среднее значение (M_v) двух значений, полученных на двух испытуемых пробах.

7 Эффективность метода

Предел количественного определения в данном методе испытания составляет 5 мг/кг ДМФА для перчаток или их элементов.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать как минимум следующие сведения:
- ссылку на настоящий стандарт;
- описание упаковки в момент получения;
- все данные, необходимые для полной идентификации испытуемого образца;
- дату поступления образца в испытательную лабораторию;
- дату испытаний;
- условия и продолжительность хранения перед испытанием в лаборатории;
- используемый аналитический метод;
- содержание определяемого экстрагированного ДМФА указывают в млн$^{-1}$ (см. 6.7);
- любые отклонения от требований настоящего стандарта.

---

1) *Исправлена ошибка оригинала. Первый абзац подраздела исключен как дублирование.*

2) *Исправлена ошибка оригинала. При дальнейших расчетах содержание ДМФА обозначают «W».*

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Представленные ниже данные собраны в ходе корреляционного межлабораторного испытания, проводившегося CEN/TC 162/WG 8 в ноябре/декабре 2013 года с участием группы специализированных испытательных лабораторий (данные можно получить по запросу в секретариате CEN/TC 162).

Таблица А.1 — Результаты корреляционного межлабораторного испытания

	Количество лабораторий	Количество измерений на каждую лабораторию	Среднее значение	Стандартное отклонение
Образец с добавкой 10 млн$^{-1}$	8	1	12,5	7,0
Образец с добавкой 200 млн$^{-1}$	5	1	197,7	8,0
Образцы из полиуретана, изготовленные методом погружения, с волокном Dyneema	5	4	33,7	5,3
Образцы из полиуретана, изготовленные методом погружения, с нейлоном	7	4	761,4	130,9

Библиография

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 16189:2013) [Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод испытания для количественного определения содержания диметилформамида в обувных материалах (ISO/TS 16189:2013)]

УДК 685.4:006.354 МКС 13.340.40 IDT

Ключевые слова: средства индивидуальной защиты рук, перчатки, диметилформамид

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.10.2024. Подписано в печать 23.10.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «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