ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 18219— 2017

КОЖА

Определение содержания хлорированных углеводородов в коже. Метод хроматографии для хлорированных парафинов с короткой цепью (SCCP)

(ISO 18219:2015, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (АО «ВНИИС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Продукция текстильной и легкой промышленности»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июля 2017 г. № 654-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 18219:2015 «Кожа. Определение содержания хлорированных углеводородов в коже. Метод хроматографии для хлорированных парафинов с короткой цепью (SCCP)» (ISO 18219:2015 «Leather — Determination of chlorinated hydrocarbons in leather — Chromatographic method for short-chain chlorinated paraffins (SCCP)», IDT).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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 Аппаратура и материалы 1
5 Реактивы 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка проб и анализ 2
8 Анализ результатов 3
9 Протокол испытания 3
Приложение А (справочное) Параметры проведения хроматографического анализа 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА

Определение содержания хлорированных углеводородов в коже. Метод хроматографии для хлорированных парафинов с короткой цепью (SCCP)

Leather. Determination of chlorinated hydrocarbons in leather.
Chromatographic method for short-chain chlorinated paraffins (SCCP)

Дата введения — 2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает хроматографический метод определения количества хлорированных парафинов с короткой цепью (SCCP) C_{10}—C_{13} в обработанных и необработанных кожах.

Приложение А предназначено только для информации.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для недатированных ссылок применяют самые последние издания, включая любые изменения и поправки.

ISO 2418, Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location (Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Определение местоположения образца)

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

3 Сущность метода

Пробу для испытаний экстрагируют с применением *н*-гексана при 60 °С, в ультразвуковой ванне в течение 60 мин. После проведения твердофазной экстракции (ТФЭ) аликвоту анализируют с использованием газового хроматографа, снабженного масс-селективным детектором с химической ионизацией (GC-ECNI-MS).

Может быть использована также система с одинарным квадрупольным масс-спектрометром (ГХ-МС) или тройным квадрупольным масс-спектрометром (ГХ-МС/МС), если пользователь покажет, что точность измерения эквивалентна точности метода GC-ECNI-MS.

4 Аппаратура и материалы

Требуется обычная лабораторная аппаратура и, в частности, нижеперечисленная.

4.1 Аналитические весы.

4.2 Герметичный сосуд с крышкой объемом 20 $см^3$, пригодный для экстрагирования *н*-гексаном.

4.3 Ультразвуковая ванна (с регулируемой температурой).

4.4 Пипетка объемом от 1 до 10 $см^3$.

4.5 Мерная колба объемом 2 $см^3$.

Издание официальное

4.6 Система экстракции из твердой фазы (ТФЭ), с вакуумным устройством и ТФЭ-картриджем для нормальной фазы, например, 500 мг/6 $см^3$, в частности колонки Chromabond с сорбентом: SiOH, 6 $см^3$, 500 мг.

4.7 Политетрафторэтиленовый (ПТФЭ) мембранный фильтр.

4.8 Газовый хроматограф и масс-селективный детектор с химической ионизацией (GC-ECNI-MS).

5 Реактивы

Если не определено другое, используют реактивы, чистые для анализа.

5.1 *н*-Гексан, номер CAS[1]:110-54-3.

5.2 Дихлорметан, номер CAS:75-09-2.

5.3 Раствор внутреннего стандарта, 1,1,1,3,10,11-гексахлороундекан, номер CAS:601523-28-8, 1000 мг/$см^3$.

Примечание — Может быть использован другой подходящий внутренний стандарт.

5.4 Стандартные растворы, SCCP, C_{10}—C_{13}, с различным содержанием хлора, каждый 100 мг/$см^3$:

5.4.1 SCCP, C_{10}—C_{13} 55,5 % Cl, технической чистоты.

5.4.2 SCCP, C_{10}—C_{13} 63 % Cl, технической чистоты.

Примечание — Данные калибровочные растворы SCCP коммерчески доступны.

5.5 Газообразный азот.

6 Отбор проб

По возможности отбор проб проводят по ИСО 2418. Если отбор проб по ИСО 2418 невозможен (например, кожу берут из готовых изделий, подобных обуви или одежде), подробности порядка отбора проб приводят в протоколе испытаний. С образцов кожи должны быть удалены остатки клея.

Пробы кожи измельчают или нарезают на мелкие кусочки размером от 2 до 3 мм по ИСО 4044.

7 Подготовка проб и анализ

7.1 Подготовка калибровочного раствора SCCP (50 мг/$см^3$) со степенью хлорирования 59 %

533 $мм^3$ стандартного раствора SCCP, C_{10}—C_{13} 55,5 % Cl (5.4.1) и 467 $мм^3$ стандартного раствора SCCP, C_{10}—C_{13} 63 % Cl (5.4.2) переносят в мерную колбу объемом 2 $см^3$ (4.5). Добавляют 20 $мм^3$ внутреннего стандартного раствора (5.3) и доводят колбу до требуемого объема *н*-гексаном (5.1).

Для количественного определения всех образцов используют калибровочный стандарт с 59 %-ным содержанием хлора, независимо от содержания хлора в данных пробах (если оно известно).

7.2 Экстракция кожи

Взвешивают на аналитических весах (4.1) (0,5 ± 0,001) г пробы кожи в герметизируемом сосуде (4.2). Добавляют 9,9 $см^3$ *н*-гексана (5.1) и 100 $мм^3$ внутреннего стандарта (5.3), сосуд герметизируют и проводят экстракцию при 60 °С в ультразвуковой ванне (4.3) в течение (60 ± 2) мин.

7.3 Очистка

ТФЭ-картриджи (4.6) предварительно обрабатывают 2 $см^3$ *н*-гексана (5.1) на 100 мг сорбента. Картриджи не высушивают в течение или после предварительной обработки. Экстрагируемый раствор (7.2) фильтруют через картриджи, элюат собирают в новый сосуд. Картридж промывают в сосуде с использованием 5 $см^3$ смеси 50:50 (v/v) *н*-гексана (5.1) и дихлорметана (5.2). Объем этого раствора уменьшают до 1 $см^3$, используя слабый поток азота, фильтруют через мембранный фильтр ПТФЕ (4.7) и переносят в виалу ГХ-МС.

7.4 Определение с помощью ГХ-МС

Полученный раствор анализируют с использованием GC-ECNI-MS (4.8). Пример подходящих условий применения метода GC-ECNI-MS приведен в приложении А.

---

[1] CAS (Chemical Abstacts Service) : Химическая реферативная служба.

8 Анализ результатов

Суммируют площади пиков для четырех масс стандарта, выбранных для количественного определения, и отождествляют со стандартной концентрацией. Таким же образом суммируют площади пиков проб и рассчитывают концентрацию путем сравнения со стандартом.

Чтобы проверить линейность аналитической системы, калибровочный стандарт как эталонный анализируют после каждой десятой пробы и в конце серии. Отклонение в соответствии калибровочному стандарту должно быть в пределах ±20 %, в противном случае аналитическую систему необходимо проверять до повторения анализов.

Экстракт пробы необходимо всегда разводить до диапазона концентраций стандарта.

Объединение проб можно осуществлять только в течение срока хранения стандарта.

Содержание в коже хлорированных парафинов с короткой цепью рассчитывают в соответствии с формулой (1) как массовую долю w, мг/кг:

$$w = \frac{A_{SCCP-S} \cdot c_{SCCP-Std} \cdot V}{A_{SCCP-Std} \cdot m_S} \cdot \frac{A_{\text{int.}Std}}{A_{\text{int.}S}} \cdot \frac{c_{\text{int.}S}}{c_{\text{int.}Std}}, \quad (1)$$

где $A_{SCCP—S}$ — сумма площадей пиков SCCP в пробе;

$A_{SCCP—Std}$ — сумма площадей пиков SCCP в калибровочном стандарте;

$c_{SCCP—Std}$ — концентрация SCCP в калибровочном стандарте, мг/см^3;

V — окончательный объем, см^3;

m_S — масса пробы, г;

$A_{\text{int. }Std}$ — площадь пика внутреннего стандарта в калибровочном стандарте;

$A_{\text{int. }S}$ — площадь пика внутреннего стандарта в пробе;

$c_{\text{int. }S}$ — концентрация внутреннего стандарта в пробе, мг/см^3;

$c_{\text{int. }Std}$ — концентрация внутреннего стандарта в калибровочном стандарте, мг/см^3.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующее:

a) ссылка на настоящий стандарт;

a) все подробности, необходимые для полной идентификации испытуемой пробы;

b) используемая процедура экстракции;

c) количество экстрагированного SCCP (C_{10}—C_{13}), мг/кг;

d) любые отклонения от установленной процедуры по соглашению или другим причинам.

Приложение А
(справочное)

Параметры проведения хроматографического анализа

А.1 Предлагаемые условия проведения анализа методом газовой хроматографии в сочетании с масс-спектрометрией:

Колонка	5 % фенилметилсилоксан, например, подходит DB-5 или эквивалент; длина: 25 м; внутренний диаметр: 0,25 мм; толщина пленки: 0,25 мкм
Газ-носитель	гелий, скорость потока: 1,2 мл/мин
Температура инжектирования	250 °С, режим без разделения; время разделения: 1,5 мин
Инжектируемый объем	1 $мм^3$
Температурная программа	от 120 °С до 300 °С со скоростью 12 °С/мин, 300 °С в течение 5 мин; задержка на выход растворителя: 4 мин; полное время анализа: 20 мин
Масс-спектрометрические условия	переходная линия: 280 °С ионный источник: 150 °С Квадруполь: 120°С
Условия химической ионизации (CI):	CI-газ: метан 5,5 (т. е. >99,9995 % CH_4) CI-клапан: 40 %

А.2 Калибровка и расчет

Таблица А.2 — m/z сигналы для количественного определения и спецификации

Номер	Вещество	Квантификатор/Спецификатор
1	1,1,1,3,10,11-гексахлороундекан	364/362
2	SCCP (C_{10}—C_{13})	347/349 361/363 375/377 389/391

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/ИСО 2418:2002 «Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на устойчивость. Установление места отбора проб»
ISO 4044	IDT	ГОСТ ISO 4044—2014/ИСО 4044:2008 «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.		

УДК 675.014.04:006.354 ОКС 59.140.30

Ключевые слова: кожа, хлорированные углеводороды, содержание, определение, хромотография, парафины, короткая цепь, проба, анализ, результат, протокол

БЗ 8—2017/263

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 10.07.2017. Подписано в печать 13.07.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 23 экз. Зак. 1155.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru