ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57459— 2017 (ISO/TS 16190:2013)

ОБУВЬ

Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод испытания для количественного определения содержания полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в обувных материалах

(ISO/TS 16190:2013, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного документа, 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 11 мая 2017 г. № 370-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному документу ISO/TS 16190:2013 «Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод испытания для количественного определения содержания полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в обувных материалах» (ISO/TS 16190:2013 «Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Test method to quantitatively determine polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in footwear materials», MOD) путем изменения ссылки, которая выделена курсивом в тексте.

Внесение указанных технических отклонений обусловлено целесообразностью использования ссылочного национального стандарта вместо ссылочного международного документа.

Сведения о соответствии ссылочного национального стандарта международному документу, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе, приведено 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 Реактивы 2
5 Аппаратура и материалы 2
6 Порядок проведения испытания 3
7 Количественное определение 4
8 Эффективность метода 4
9 Протокол испытания 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного национального стандарта международному документу, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ОБУВЬ

Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод испытания для количественного определения содержания полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в обувных материалах

Footwear. Critical substances potentially present in footwear and footwear components.
Test method to quantitatively determine polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in footwear materials

Дата введения — 2018—02—01

Предупреждение — Использование полициклических ароматических углеводородов (PAH) может быть опасным.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения содержания полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в обуви и ее деталях.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:
ГОСТ Р 56574—2015/ISO/TR 16178:2012 Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Испытуемую пробу экстрагируют с использованием *н*-гексана при 60 °С в ультразвуковой ванне в течение 1 ч. Аликвоту затем анализируют, используя хроматографические методы.

См. *ГОСТ Р 56574—2015/ISO/TR 16178:2012*, таблицу 1, содержащую перечень материалов, которые можно определять данным методом.

Издание официальное

4 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитической степени чистоты (ч. д. а.).

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

4.2 Сертифицированный стоковый раствор ПАУ с 18 различными компонентами, установленными в 6.4, 100 мг/см^3 каждый.

Примечание — В продаже имеются коммерческие растворы.

4.3 Внутренние стандарты:
- нафталин-d8, CAS номер: 1146-65-2;
- пирен-d10, CAS номер: 1718-52-1;
- перилен-d12, CAS номер: 1520-96-3;
- антрацен-d10, CAS номер: 1719-06-8;
- фенантрен-d10, CAS номер: 1517-22-2;
- трифенилбензол, CAS номер: 612-71-5;
- бензо[a]пирен-d12, CAS номер: 63466-71-7.

Примечание — В таблице 1 приведены примеры соответствия между ПАУ и дейтерированными внутренними стандартами.

Таблица 1 — Примеры соответствия между ПАУ и дейтерированными внутренними стандартами

Наименование ПАУ	Внутренний стандарт
Нафталин	Нафталин-d8
Аценафталин	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Аценафтен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Флюорен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Фенантрен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Антрацен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Флюорантен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Пирен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Бензо[a]антрацен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Бензо[e]пирен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Бензо[j]флюорантен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Хризен	Пирен-d10 или антрацен-d10, или фенантрен-d10
Бензо[b]флюорантен	Бензо[a]пирен-d12 или перилен-d12, или трифенилбензол
Бензо[k]флюорантен	Бензо[a]пирен-d12 или перилен-d12, или трифенилбензол
Бензо[a]пирен	Бензо[a]пирен-d12 или перилен-d12, или трифенилбензол
Индено[1,2,3-cd]пирен	Бензо[a]пирен-d12 или перилен-d12, или трифенилбензол
Дибензо[a,h]антрацен	Бензо[a]пирен-d12 или перилен-d12, или трифенилбензол
Бензо[g,h,i]перилен	Бензо[a]пирен-d12 или перилен-d12, или трифенилбензол

4.4 Сертифицированный стоковый раствор ПАУ (4.2) и внутренние стандарты (4.3) следует хранить при температуре 4 °С в темном месте.

5 Аппаратура и материалы

5.1 Аналитические весы.

5.2 Закрывающийся сосуд с крышкой.

5.3 Ультразвуковая ванна (с регулируемой температурой).

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

5.4 Микропипетки вместимостью 50 и 100 мм^3.
5.5 Пипетка вместимостью от 0,5 до 5 см^3.
5.6 Мерные колбы вместимостью от 10 до 100 см^3.
5.7 Подходящие хроматографические методы для анализа ПАУ.

Примеры

1 Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): флуоресцентный детектор (ФЛД) и диодно-матричный детектор (ДМД).

2 Метод с масс-селективным детектором (МС или МС-МС): газовая хроматография с масс-селективным детектором (ГХ-МС или ГХ-МС-МС).

5.8 Политетрафторэтиленовый (ПТФЭ) мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

6 Порядок проведения испытания

6.1 Подготовка стандартных растворов

6.1.1 Внутренний стандартный стоковый раствор (каждый 100 мкг/см^3)

Используют аналитические весы (5.1), взвешивают 0,01 г каждого внутреннего стандарта (4.3) в несколько мерных колб вместимостью 100 см^3 (5.6) и наполняют их до метки *н*-гексаном (4.1).

Максимальный срок годности такого внутреннего стандартного стокового раствора составляет 3 мес. Его хранят при температуре (4 ± 3) °С в темном месте.

Примечание — В продаже имеются коммерческие растворы.

6.1.2 Внутренний стандартный раствор (5 мкг/см^3)

Переносят 0,5 см^3 каждого внутреннего стандартного раствора (6.1.1) в мерную колбу вместимостью 10 см^3 (5.6) и наполняют ее до метки *н*-гексаном (4.1).

6.1.3 ПАУ

Рассматриваются следующие 18 ПАУ:

Нафталин	CAS номер: 91-20-3
Аценафталин	CAS номер: 208-96-8
Аценафтен	CAS номер: 83-32-9
Флюорен	CAS номер: 86-73-7
Фенантрен	CAS номер: 85-01-8
Антрацен	CAS номер:120-12-7
Флюорантен	CAS номер: 206-44-0
Пирен	CAS номер: 129-00-0
Бензо[a]антрацен	CAS номер: 56-55-3
Бензо[e]пирен	CAS номер: 192-97-2
Бензо[j]флюорантен	CAS номер: 205-82-3
Хризен	CAS номер: 218-01-9
Бензо[b]флюорантен	CAS номер: 205-99-2
Бензо[k]флюорантен	CAS номер: 207-08-8
Бензо[a]пирен	CAS номер: 50-32-8
Индено[1,2,3-cd]пирен	CAS номер: 193-39-5
Дибензо[a,h]антрацен	CAS номер: 53-70-3
Бензо[g,h,i]перилен	CAS номер: 191-24-2

6.1.4 Стандартный раствор ПАУ (0,5 мкг/см^3)

9 мл *н*-гексана (4.1) наливают в мерную колбу (5.6) вместимостью 10 см^3, добавляют 50 мм^3 стокового раствора ПАУ (4.2), а затем доводят объем раствора до метки *н*-гексаном (4.1).

6.1.5 Калибровочный раствор ПАУ (0,05 мкг/см^3)

1 см^3 стандартного раствора ПАУ (6.1.4) и 0,1 см^3 внутреннего стандартного раствора (6.1.2) помещают в мерную колбу (5.6) вместимостью 10 см^3, затем доводят раствор до метки, доливая *н*-гексан (4.1).

6.2 Подготовка пробы

Разбирают обувь на части и разделяют различные типы материала на три категории: кожа, текстиль и полимеры.

Каждая испытуемая отдельно проба должна состоять из материала одного типа (кожа, текстиль или полимер).

Каждый материал разрезают на кусочки с кромкой длиной не более 3 мм.

6.3 Экстракция

Взвешивают (1 ± 0,001) г испытуемой пробы m_S на аналитических весах (5.1), помещают в закрывающийся сосуд (5.2) и смешивают с 9,9 см^3 *н*-гексана (4.1) и 0,1 см^3 внутреннего стандартного раствора (6.1.2). Экстрагируют при температуре 60 °С в ультразвуковой ванне (5.3) в течение 1 ч.

После охлаждения до комнатной температуры при необходимости раствор фильтруют через ПТФЭ мембранный фильтр (5.8).

6.4 Определение

6.4.1 Метод ВЭЖХ

ПАУ определяют по стандарту [1], подраздел 8.5. Пример хроматографических условий приведен в стандарте [1], приложение А.

Для метода ВЭЖХ использование внутреннего стандарта не является обязательным.

6.4.2 Метод ГХ-МС

ПАУ определяют по стандарту [2], раздел 10.

Пример хроматографических условий приведен в стандарте [2], приложение А.

7 Количественное определение

Содержание отдельных веществ рассчитывают по приведенной ниже формуле как массовую долю *w*, мг/кг

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

где A_{PAH-S} — площадь пика компонентов ПАУ в пробе;

$A_{PAH-Std}$ — площадь пиков компонентов ПАУ в калибровочном растворе;

$C_{PAH-Std}$ — концентрация компонентов ПАУ в калибровочном растворе, мкг/см^3;

V — окончательный объем пробы, см^3 (V = 10 см^3 по 6.3);

m_S — масса пробы, г;

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

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

8 Эффективность метода

Лаборатория должна определить для каждого ПАУ предел количественного определения, принимая во внимание выбранный метод (6.4).

Предел количественного определения должен быть не более 0,2 мг/кг для каждого ПАУ.

9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

а) ссылку на настоящий стандарт;

b) дату проведения испытания;
c) все детали, необходимые для полной идентификации испытуемой пробы;
d) типы материала (6.2), которые были испытаны;
e) условия хранения до испытания, если требуется;
f) выбранный метод по 6.4;
g) количество, определенное для каждого из 18 ПАУ, мг/кг;
h) любое отклонение от настоящего стандарта.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного национального стандарта международному документу, использованному в качестве ссылочного в примененном международном документе

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного документа
ГОСТ Р 56574—2015/ISO/TR 16178:2012	IDT	ISO/TR 16178:2012 «Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.		

Библиография

[1] ИСО 17993:2002 Качество воды. Определение 15 полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в воде методом ВЭЖХ с флуоресцентным детектированием после экстракции жидкость-жидкость*

[2] ИСО 28540:2011 Качество воды. Определение 16 полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) в воде. Метод, использующий газовую хроматографию с масс-спектрометрическим детектированием (ГХ-МС)*

* Официальный перевод на русский язык данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

УДК 685.34.01:006.354 ОКС 61.060

Ключевые слова: обувь, критические вещества, содержание, полициклические ароматические углеводороды, количество, определение, метод, проба, процедура, раствор, экстракция, измерение, результат, протокол

БЗ 6—2017/103

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 11.05.2017. Подписано в печать 15.05.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,27. Тираж 26 экз. Зак. 800.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru