ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57457— 2017/ 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, IDT)

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 27 апреля 2017 г. № 338-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу 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 «Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Test method to quantitatively determine dimethylformamide in footwear materials», IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного международного документа соответствующий ему национальный стандарт, сведения о котором 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 Реактивы и растворители 1
5 Оборудование 2
6 Подготовка пробы 2
7 Определение с помощью ГХ-МС анализа 3
8 Количественное определение 3
9 Эффективность метода 4
10 Протокол испытания 4
Приложение А (справочное) Предлагаемые параметры для определения ДМФА методом ГХ-МС 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного международного документа национальному стандарту 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ОБУВЬ

Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод испытания для количественного определения содержания диметилформамида в обувных материалах

Footwear. Critical substances potentially present in footwear and footwear components. Test method to quantitatively determine dimethylformamide in footwear materials

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения количества диметилформамида (ДМФА) в материалах обуви и элементах обуви, содержащих материал с полиуретановым (ПУР) покрытием.

Примечание — В обувной промышленности при вводе полиуретана (реакционно-инжекционном формовании) не применяют ДМФА. ДМФА может быть применен для материала с покрытием из ПУР.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий международный документ. Для датированных ссылок применяют только указанное издание.

ISO/TR 16178:2012 Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components (Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в материалах обуви и деталях)

3 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) в режиме SIM (мониторинга выбранных ионов).

В таблице 1 ISO/TR 16178:2012 указывает материалы, на которые распространяется данный метод определения.

4 Реактивы и растворители

4.1 Реактивы

Данные вещества приведены в таблице 1.

Издание официальное

Таблица 1 — Реактивы

№	Вещество	Номер по CAS[a)]	Чистота
1	Диметилформамид (ДМФА)	68-12-2	Аттестованный стандартный раствор
2	Диметилформамид-d7 (ДМФА-d7)	4472-41-7	Аттестованный стандартный раствор
3	Метанол	67-56-1	Аналитической чистоты

[a)] Международный CAS-номер присваивают химическим веществам американской организацией Chemical Abstract Services. Этот уникальный номер не несет информации ни о чистоте вещества, ни о производителе.

4.2 Исходные и рабочие растворы

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

Берут навеску 10 мг ДМФА-d7 с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 10 см^3 и заполняют ее до метки метанолом. Переносят содержимое в виалу из желтого стекла вместимостью 10 см^3, с пробкой из политетрафторэтилена (ПТФЭ), и выдерживают при температуре 4 °С.

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

Готовят данный раствор посредством разбавления метанолом исходного раствора (4.2.1) в соотношении 1:5.

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

Берут навеску 10 мг ДМФА с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 10 см^3 и заполняют до метки метанолом. Переносят содержимое в виалу из желтого стекла вместимостью 10 см^3, с пробкой из ПТФЭ, и выдерживают при температуре 4 °С.

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

Готовят данный раствор посредством разбавления метанолом исходного раствора (4.2.3) в соотношении 1:5.

5 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование, а также следующее:

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

5.2 Стеклянная виала, герметично закрываемая, вместимостью 20 см^3.

5.3 Ультразвуковая ванна с регулируемой температурой.

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

5.5 Виалы для проб вместимостью 2 см^3 с пробками из ПТФЭ.

5.6 Мерная колба вместимостью 10 см^3.

5.7 Емкости из янтарного стекла.

5.8 Микропипетки вместимостью от 20 мм^3 до 10 см^3.

5.9 ГХ-МС (газовый хроматограф с масс-селективным детектором).

6 Подготовка пробы

6.1 Отбор проб

Пробы из материалов с ПУР-покрытием измельчают до кусочков с длиной кромки до 3 мм. Вместе можно смешать не более трех равных по массе материалов с ПУР-покрытием.

6.2 Экстракция

Пробу массой (1 ± 0,001) г взвешивают, m_s, на аналитических весах (5.1) в стеклянной виале вместимостью 20 см^3 (5.2). Затем добавляют 9 см^3 метанола и 1 см^3 рабочего раствора внутреннего стандарта (4.2.2) и герметично закрывают виалу.

Пробу экстрагируют в ультразвуковой ванне при температуре 70 °С в течение 1 ч.

После охлаждения до комнатной температуры раствор, при необходимости, фильтруют через мембранный фильтр из ПТФЭ (5.4). Аликвотное количество переносят в виалу ГХ-МС и закупоривают пробкой из ПТФЭ.

7 Определение с помощью ГХ-МС анализа

7.1 Градуировочный стандарт

Для построения градуировочной кривой используют шесть градуировочных точек. Все вещества приготовлены в мерных колбах вместимостью 10 см^3 в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 — Подготовка к градуировке

Стандарт	*L*1	*L*2	*L*3	*L*4	*L*5	*L*6
Объем рабочего раствора целевого соединения (4.2.4), мм^3	25	50	100	250	500	1000
Концентрация целевого соединения в градуировочных растворах, мг/дм^3	0,5	1	2	5	10	20
Объем рабочего раствора внутреннего стандарта в метаноле (4.2.2), мм^3	1000	1000	1000	1000	1000	1000
Концентрация внутреннего стандарта, мг/дм^3	20	20	20	20	20	20
Примечание — Доводят до метки метанолом.						

7.2 Примеры инструментального метода

Пример приведен в приложении А.

8 Количественное определение

8.1 Градуировочная кривая

Устанавливают функцию линейной регрессии, используя отношения (A_e/A_{is}) и (C_e/C_{is}) по формуле

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

где A_e — площадь пика ДМФА;

A_{is} — площадь пика ДМФА-d7;

C_e — концентрация ДМФА в градуировочном стандарте, мг/дм^3;

C_{is} — концентрация ДМФА-d7 в градуировочном стандарте, мг/дм^3;

a — тангенс угла наклона линейной функции;

b — отрезок, отсекаемый на ординате градуировочной кривой (единицы зависят от оценки).

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

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

где w — содержание ДМФА в образце, мг/кг;

V — объем растворителя, использованного для экстракции, см^3, в большинстве случаев это значение будет равно 10 см^3;

m — масса испытуемого образца, г;

A_{ech} — площадь пика ДМФА в пробе;

A_{is} — площадь пика ДМФА-d7 в пробе;

C_{is} — концентрация ДМФА-d7 в пробе, мг/дм^3.

9 Эффективность метода

Предел количественного определения данного метода испытания составляет 5 мг/кг ДМФА в материалах с ПУР покрытием.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать в себя следующие сведения:

a) ссылка на настоящий стандарт;

b) дата проведения испытания;

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

d) условия хранения до испытания, если требуется;

e) количество полученного экстрагированного ДМФА, мг/кг;

f) любое отклонение от настоящего стандарта.

Приложение А
(справочное)

Предлагаемые параметры для определения ДМФА методом ГХ-МС

А.1 Метод измерения

А.1.1 Измеряемый параметр

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

А.1.2 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, до 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 $мм^3$.

А.1.3 Условия детектирования

Линия передачи ..... 240 °С.

Масс-спектрометр с одним квадруполем работает в режиме одновременного мониторинга выбранных ионов/сканирования (SIM/SCAN).

Диапазон масс SCAN ..... от 40 до 200 а.е.м.

Режим SIM фокусируется на следующих ионах:

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

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного международного документа национальному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного документа	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO/TR 16178:2012	IDT	ГОСТ Р 56574—2015/ISO/TR 16178:2012 «Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях»

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

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 685.34.013:006.354 ОКС 61.060

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

БЗ 6—2017/91

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 28.04.2017. Подписано в печать 03.05.2017. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,27. Тираж 27 экз. Зак. 753.

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