ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56573— 2015/ISO/TS 16179:2012

ОБУВЬ

Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях Метод определения содержания оловоорганических соединений в обувных материалах

(ISO/TS 16179:2012, Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Determination of organotin compounds in footwear materials, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстиль», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык англоязычной версии международного документа, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 сентября 2015 г. № 1358-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 16179:2012 «Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Определение содержания оловоорганических соединений в обувных материалах» (ISO/TS 16179:2012 «Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Determination of organotin compounds in footwear materials»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5 (пункт 3.5).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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, 2016

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ОБУВЬ

Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях

Метод определения содержания оловоорганических соединений в обувных материалах

Footwear. Critical substances potentially present in footwear and footwear components. Method for determination of organotin compounds in footwear materials

Дата введения — 2016—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытаний для определения наличия оловоорганических соединений. Данный метод применим ко всем видам обувных материалов.

Примечание — ИСО/ТР 16178 определяет, какие материалы могут быть объектами этих испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

3 Принцип

Оловоорганические соединения экстрагируют из обувного материала смесью «метанол-этанол» в умеренно кислой среде, используя трополон как комплексующий агент.

Ионные и высококипящие оловоорганические соединения затем преобразуют в соответствующие летучие тетраалкильные производные путем реакции с тетраэтилборатом натрия $NaB(Et)_4$. На конечной стадии детектируют методом газовой хроматографии с масс-селективным детектором (ГХ/МС).

Таблица 1 показывает перечень соединений, которые могут быть проанализированы с помощью настоящего стандарта.

Таблица 1 – Перечень соединений, которые могут быть проанализированы с помощью настоящего стандарта

Тип соединения	Соединение	CAS[a]
Монозамещенное	н-бутилолово трихлорид	1118-46-3
	н-октилолово трихлорид	3091-25-6
Дизамещенное	Ди-н-бутилолово дихлорид	683-18-1
	Ди-н-октилолово дихлорид	3542-36-7
Тризамещенное	Три-н-бутилолово хлорид	1461-22-9
	Трифенилолово хлорид (или фентин хлорид)	639-58-7
	Трициклогексилолово хлорид	3091-32-5
Тетразамещенное	Тетра-н-бутилолово	1461-25-2

[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 Реактивы

Если не установлено другое, используют только реактивы признанной аналитической чистоты.

4.1 Вода, степень чистоты 3 в соответствии с ИСО 3696.

4.2 Этанол класса GPR или промышленный этиловый спирт, денатурированный метиловым (используемым в промышленности), номер CAS: 64-17-5.

4.3 Ледяная уксусная кислота, номер CAS: 64-19-7.

4.4 Тетраэтилборат натрия, номер CAS: 15523-24-7.

4.5 Тетрагидрофуран (ТГФ) стабилизированный, номер CAS: 109-99-9.

4.6 н-гептилолово трихлорид, номер CAS: 59344-47-7 (внутренний стандарт).

4.7 Ди-н-гептилолово дихлорид, номер CAS: 74340-12-8 (внутренний стандарт).

4.8 Три-н-пропилолово монохлорид, номер CAS: 2279-76-7 (внутренний стандарт).

4.9 Тетра-н-пропилолово, номер CAS: 2176-98-9 (внутренний стандарт).

4.10 Изооктан, номер CAS: 540-84-1.

4.11 Инертный газ, например азот, гелий или аргон.

4.12 Трополон (2-гидрокси-2,4,циклогептатриен-1-он) лабораторного класса, номер CAS: 533-75-5.

4.13 Метанол аналитического класса, номер CAS: 67-56-1.

4.14 Уксуснокислый натрий, номер CAS: 127-09-3.

4.15 Оловоорганические соединения, перечисленные в таблице 1.

5 Аппаратура и материалы

5.1 Газовый хроматограф (ГХ), снабженный масс-селективным детектором (МС).

5.2 Аналитические весы, позволяющие измерять массу с точностью до 0,1 мг.

5.3 Перчаточный бокс или изолирующая камера со встроенными перчатками, дающий возможность проводить работы в полностью изолированной и контролируемой среде, который имеет боковой и фронтальный отверстия и средства их герметизации, такие как лента.

5.4 Измерительные трубки из пропилена объемом 50 мл с завинчивающейся крышкой.

5.5 Микропипетки от 10 до 500 мкл, с одноразовыми наконечниками.

5.6 Пипетка вместимостью от 1 до 500 мл.

5.7 Калиброванный pH-метр со стеклянным комбинированным электродом и диапазоном измерений от 0 до 14.

5.8 Мерные колбы объемом 10, 25 и 100 мл.

5.9 Ультразвуковая баня с регулируемой температурой.

5.10 Одноразовые стеклянные пипетки Пастера.

5.11 Стеклянный лабораторный стакан.

5.12 Центрифуга.

5.13 Механический встряхиватель, настраиваемый на минимальную частоту 50 мин$^{-1}$.

6 Приготовление образца для испытаний

Испытуемый образец состоит из однородного материала, взятого из обуви, например кожи, текстильного материала, полимера, материала с покрытием или др. Приготовление образца включает отбор отдельных материалов из обуви и дальнейшую их обработку, в результате которой он должен представлять собой частицы размером не более 4 мм.

7 Процедура

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ — Раствор тетраэтилбората должен быть приготовлен в инертной атмосфере, поскольку этот материал чувствителен к воздуху и может самопроизвольно воспламениться в его присутствии. Данный раствор необходимо приготовлять в пустом вытяжном шкафу, используя метод, минимизирующий риск возгорания. Оловоорганические соединения являются токсичными и, как известно, отрицательно воздействуют на эндокринную систему, поэтому с ними следует обращаться с особой осторожностью.

Примечание — Все химические реактивы, хранящиеся при температуре ниже комнатной, должны быть доведены до комнатной температуры перед тем, как отбирать аликвоты.

7.1 Приготовление раствора тетраэтилбората натрия

7.1.1 Подготовку следует проводить в инертной среде.

7.1.2 Помещают аналитические весы в инертную среду, пропускают сетевой шнур через одно из малых боковых отверстий, используя ленту, герметизируют отверстие вокруг шнура.

7.1.3 Помещают следующие предметы в инертную среду:
- небольшой стеклянный стакан (5.11);
- герметизированную бутылку тетраэтилбората натрия (4.4);
- большой шпатель, малый шпатель и малый стеклянный стакан, содержащий ТГФ (4.5);
- одноразовую пипетку (5.10).

7.1.4 Используя подключенную со стороны инертной среды подачу газа (см. 4.11), наполняют им бокс, давая возможность смеси газа с воздухом вытесняться через переднее отверстие в течение нескольких минут. Это будет обеспечивать достаточно низкую концентрацию остающегося кислорода, чтобы избежать возможного самопроизвольного воспламенения.

7.1.5 Герметизируют переднее отверстие инертной среды и закрывают подачу инертного газа.

7.1.6 Используя перчатки бокса, отвешивают 2 г тетраэтилбората натрия (4.4) в стакан (5.11) и затем добавляют достаточное количество ТГФ (4.5) для растворения бората (менее 10 мл).

7.1.7 Снова герметизируют крышку сосуда с тетраэтилбораторм натрия.

7.1.8 Открывают фронтальную часть бокса и убирают все предметы, оставляя их внутри вытяжного шкафа для последующей мойки.

7.1.9 Переносят раствор тетраэтилбората натрия из стакана (5.11) в мерную колбу (5.8) объемом 10 мл и доводят объем раствор до метки, добавляя ТГФ (4.5). Неиспользуемый реактив хранят максимум в течение трех месяцев в холодильнике, чтобы минимизировать испарение растворителя.

Примечание — Предварительно взвешенный тетраэтилборат или коммерческие растворы имеются в наличии на рынке.

7.2 Приготовление стандартных растворов

7.2.1 Общие положения

Оловоорганические соединения имеются на рынке в форме хлоридов, но концентрация для калибровочной кривой и результат выражены в мг/кг оловоорганических катионов.

Пример 1 — Для дибутилолово дихлорида Bu_2SnCl_2 является хлоридной формой и Bu_2Sn^{2+} является катионной формой.

Таблица 2 дает количество оловоорганического хлорида и весовой коэффициент для пересчета оловоорганических катионов (для 100 %-ной чистоты хлоридной формы).

Таблица 2 – Количество оловоорганического хлорида и весовой коэффициент для пересчета оловоорганических катионов

Соединение	Весовой коэффициент	Количество оловоорганического хлорида, требуемое для подготовки раствора 1000 мг/л оловоорганического катиона (в колбе объемом 100 мл), мг
Определяемые соединения		
н-бутилолово трихлорид	0,623	160,5
н-октилолово трихлорид	0,686	145,8
Ди-н-бутилолово дихлорид	0,767	130,4
Ди-н-ктилолово дихлорид	0,830	120,5
Три-н-бутилолово хлорид	0,891	112,2
Трифенилолово хлорид	0,908	110,1
Трициклогексилолово хлорид	0,912	109,6
Тетра-н-бутилолово	1,000	100,0
Внутренние стандарты		
н-гептилолово трихлорид	0,672	148,8
ди-н-гептилолово дихлорид	0,817	122,4
три-н-пропилолово монохлорид	0,875	114,3
тетра-н-пропилолово	1,000	100,0

Пример 2 — Если взвесить 160,5 мг монобутилолово трихлорида ($BuSnCl_3$), то будет получен раствор 1605 мг/л монобутилолово трихлорида, который соответствует концентрации 1605 0,623 = 1000 мг/л монобутилолово катиона ($BuSn^{3+}$).

Пример 3 — Если взвесить 110,4 мг диоктилолово дихлорида ($(C_8H_{17})_2SnCl_2$), то будет получен раствор 1104 мг/л диоктилолово дихлорида, который соответствует концентрации 1104 0,830 = 916 мг/л диоктилолово катиона [$(C_8H_{17})_2Sn^{2+}$].

Концентрацию оловоорганического катиона обычно рассчитывают по формуле

$$C_{Sn} = C_{CI} \cdot \mathrm{WF}, \quad (1)$$

где C_{Sn} – концентрация оловоорганического катиона, мг/л;

C_{Cl} – концентрация оловоорганического хлорида, мг/л;

WF – весовой коэффициент.

7.2.2 Внутренние стандарты — исходный раствор (1000 мг/л оловоорганического катиона)

Используют аналитические весы (5.2) для взвешивания необходимого количества трипропилолово гидрохлорида (4.8), моногептилолово трихлорида (4.6), дигептилолово дихлорида (4.7) и тетрапропилолово (4.9). Растворяют их вместе в метаноле (4.13) в одной мерной колбе (5.8) объемом не менее 100 мл, чтобы получить концентрацию 1000 мг/л каждого вещества.

Данный неиспользуемый стандартный раствор хранят максимум один год в холодильнике, чтобы минимизировать испарение растворителя.

7.2.3 Внутренние стандарты — рабочий раствор (10 мг/л оловоорганического катиона)

Используют пипетку (5.6) для переноса 1,0 мл исходного стандартного раствора (7.2.2) в мерную колбу объемом 100 мл (5.8). Доводят раствор до нужного объема добавлением метанола (4.13).

Это соответствует рабочему раствору 10 мг/л для четырех внутренних стандартов.

7.2.4 Определяемые соединения — исходный раствор (1000 мг/л оловоорганического катиона)

Используют аналитические весы (5.2) для взвешивания необходимого количества каждого определяемого соединения (см. таблицу 1). Растворяют их вместе в метаноле (4.13) в одной мерной колбе (5.8) объемом не менее 100 мл, чтобы получить концентрацию 1000 мг/л для каждого вещества.

Данный неиспользуемый стандартный раствор хранят максимум один год в холодильнике, чтобы минимизировать испарение растворителя.

7.2.5 Определяемые соединения — рабочий раствор (10 мг/л оловоорганического катиона)

Используют калиброванную пипетку (5.6) для переноса 1,00 мл исходного раствора определяемого соединения (7.2.4) в мерную колбу объемом 100 мл (5.8). Доводят раствор до нужного объема добавлением метанола (4.13).

Это соответствует раствору 10 мг/л для рабочего раствора определяемого соединения.

Примечание — На рынке предлагают коммерческие растворы для использования в приготовлении рабочего раствора внутренних стандартов и рабочего раствора определяемого соединения. Нужно внимательно относиться к концентрации и типу (формы хлорида или катиона) коммерческого раствора. Используют подходящий растворитель и фактор разведения, чтобы получить рабочий раствор 10 мг/л оловоорганического катиона в смешивающемся с водой растворителе.

7.3 Приготовление раствора тропалона

Используют аналитические весы (5.2) для переноса 0,500 г тропалона (4.12) в стеклянный стакан (5.11) и растворяют его приблизительно в 20 мл метанола (4.13). Разводят до 100 мл в мерной колбе (5.8).

Данный раствор может быть использован в течение одного месяца с момента приготовления и храниться в холодильнике при температуре приблизительно 4 °С.

7.4 Приготовление буферного раствора

Приготавливают 0,2 моля раствора уксуснокислого натрия, например путем растворения 16,4 г уксуснокислого натрия (4.14) в 1 л воды (4.1), и доводят его до pH 4,5 уксусной кислотой (4.3).

7.5 Калибровка

7.5.1 Как правило, выбирают стандартные концентрации 100, 200, 300, 400 и 500 мг/л.

7.5.2 Их добавляют с помощью микропипетки (5.5), как аликвоты 20, 40, 60, 80 и 100 мкл рабочего раствора определяемых соединений (7.2.5), к отдельным сосудам, содержащим 20 мл смеси «метанол-этанол» (80/20 по объему).

7.5.3 Добавляют 100 мкл внутреннего стандарта (7.2.3).

7.5.4 Добавляют 8 мл буферного раствора pH 4,5 (7.4).

7.5.5 Добавляют с помощью пипетки 1 мл раствора трополона (5.6).

7.5.6 Добавляют 100 мкл раствора тетраэтилбората натрия (7.1.9) и энергично встряхивают в течение 30 мин.

7.5.7 Используя пипетку (5.6), переносят 2 мл изооктана (4.10) в сосуд и энергично встряхивают в течение 30 мин.

7.5.8 Переносят изооктановую фазу в газовый хроматограф для анализа.

7.6 Приготовление образца

7.6.1 Используют аналитические весы (5.2) для взвешивания (1,0 ± 0,1) г образца (см. раздел 6), который помещают во взвешенный пустой сосуд объемом 50 мл (5.4), и записывают массу m_1 с точностью до 0,1 мг.

7.6.2 Добавляют 20 мл смеси «метанол—этанол» (4.2) (80/20 по объему).

7.6.3 Добавляют 100 мкл внутреннего стандарта (7.2.2).

7.6.4 Добавляют с помощью пипетки 1 мл раствора трополона.

7.6.5 Экстрагируют в ультразвуковой бане (5.9) в течение 1 ч при 60 °С.

7.6.6 При необходимости центрифугируют при 4000 г в течение 5 мин и переносят прозрачный раствор в другой сосуд.

7.6.7 Добавляют 8 мл буферного раствора pH 4,5 (7.4).

7.6.8 Добавляют 100 мкл раствора тетраэтилбората натрия (7.1.9) и энергично встряхивают в течение 30 мин, используя механический встряхиватель (5.13).

7.6.9 Используя пипетку (5.6), переносят 2 мл изооктана (4.10) в сосуд и энергично встряхивают в течение 30 мин, используя механический встряхиватель (5.13).

Примечание — Для более полного разделения может быть использовано центрифугирование 4000 г.

7.6.10 Переносят изооктановую фазу в газовый хроматограф для анализа.

7.7 Приготовление холостого раствора.

Приготавливают холостой раствор таким же образом, как и образцы для анализа (7.6.2—7.6.10).

7.8 Газовая хроматография

Примечание — Следует обращаться к инструкциям пользователя для используемого аналитического оборудования (например, протокол, приведенный в приложении А).

7.8.1 Общие положения

Когда возможно, необходимо проводить повторные определения на всех образцах, холостом и стандартном растворе.

7.8.2 Идентификация

Идентифицируют определяемые соединения путем сравнения времени удерживания образов и калибровки. Время удерживания для образцов должно находиться во временном окне (T_r ± 1) % по сравнению с калибровкой.

Для детектирования определяемых соединений используют три диагностических иона (один ион для количественного определения и два других — для качественного) и весь спектр (см. таблицу 3 для выбора трех диагностических ионов).

Используют масс-спектрометр в синхронном SIM/SCAN-режиме или в SIM-режиме со SCAN-подтверждением в случае положительных результатов.

Определяемые соединения должны быть установлены количественно с внутренним стандартом с такой же степенью замещения.

Таблица 3 – Вероятность определения диагностических ионов и количественного измерения определяемых соединений и их соответствующего внутреннего стандарта

Соединение (этиловое производное)	Группа 1	Группа 2	Группа 3
Внутренний стандарт: моногептилтриэтилолово	277/275	179/177	151/149
н-бутилтриэтилолово	235/233	179/177	151/149
н-октилтриэтилолово	291/289	179/177	151/149
Внутренний стандарт: дигептилдиэтилолово	347/345	249/247	151/149
ди-н-бутилдиэтилолово	263/261	179/177	151/149

Окончание таблицы 3

Соединение (этиловое производное)	Группа 1	Группа 2	Группа 3
ди-н-октилдиэтилолово	375/373	263/261	151/149
Внутренний стандарт: трипропилмоноэтилолово	249/247	235/233	193/191
три-*н*-бутилмоноэтилолово	291/289	263/261	179/177
трициклогексилмоноэтилолово	233/231	315/313	369/367
трифенилмоноэтилолово	351/3 49	197/195	—
Внутренний стандарт: тетра-н-пропилолово	249/247	165/163	207/205
тетра-н-бутилолово	291/289	235/233	179/177
Примечание — Монозамещенные определяемые соединения количественно определяют с использованием монозамещенного внутреннего стандарта. Например, н-бутилтриэтилолово и н-октилтриэтилолово определяют с помощью внутреннего стандарта моногептилтриэтилолово.			

7.9 Количественное определение

7.9.1 Рассчитывают полные площади пиков стандартов, внутреннего стандарта и каждого детектируемого оловоорганического соединения в образце.

7.9.2 Используя данные оловоорганических стандартов, рассчитывают фактор отклика детектора, DRF, для каждого соединения олова при каждой его концентрации, используя формулу

$$\mathrm{DRF} = \frac{CS_{\mathrm{Sn}} \cdot AR_{\mathrm{is}}}{AS_{\mathrm{Sn}} \cdot CR_{\mathrm{is}}}, \quad (2)$$

где CS_{Sn} – концентрация оловоорганического катиона в стандарте, мкг/л;

AR_{is} – площадь пика соответствующего внутреннего стандарта;

AS_{Sn} – площадь пика оловоорганического катиона в стандарте;

CR_{is} – концентрация соответствующего внутреннего стандарта (500 мкг/л).

7.9.3 Для каждого соединения рассчитывают среднее значение по всем *DRF*, полученным для каждого уровня концентрации, используя формулу

$$\mathrm{DRF}_a = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\mathrm{DRF}_i \quad (3)$$

Теоретически величины DRF для конкретного соединения олова должны быть точно такими же, но имеются небольшие отличия.

7.9.4 Это среднее значение DRF_a используют для расчета концентрации оловоорганических соединений в образце, используя формулу

$$C_{Sn} = \frac{A_{Sn} \cdot DRF_a \cdot C_{is}}{A_{is}}, \quad (4)$$

где C_{Sn} – концентрация оловоорганического катиона в образце, мкг/л;

A_{Sn} – площадь пика оловоорганического соединения;

C_{is} – концентрация соответствующего внутреннего стандарта (500 мкг/л);

A_{is} – площадь пика соответствующего внутреннего стандарта.

7.9.5 Используя следующую формулу, преобразуют CS_{Sn}, при этом единицы, выраженные в мкг/л, преобразуются в мкг/кг:

$$M_{Sn} = \frac{C_{Sn} \cdot V}{m_1}, \quad (5)$$

где M_{Sn} – количество олова, мкг/кг;

V – объем аликвоты изооктана, взятый по 7.6.9 (2 мл);

m_1 – масса образца, полученная по 7.6.1, г.

7.10 Предел детектирования и предел количественного определения

Предел детектирования должен составлять 50 мкг/кг и предел количественного определения – 200 мкг/кг.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие сведения:

a) ссылка на настоящий стандарт;
b) все подробности, необходимые для полной идентификации испытуемого образца;
c) температура, при которой проводят испытание;
d) результат испытания (в пересчете на оловоорганический катион), как указано в 7.9;
e) любое отклонение, по соглашению или по другим причинам, от установленной процедуры.

Приложение А
(справочное)

Рекомендуемые условия проведения хромато-масс - спектрометрического анализа (ГХ/МС) оловоорганического соединения

Длина колонки: 25 мм, внутренний диаметр 0,22 мм. Подходит BPX5 колонна (SGE) или эквивалентная. Не следует использовать предварительную колонку.

Газ - носитель: гелий, скорость потока 0,76 мл/мин, линейная скорость 33,5 см/с.

Температура инжектора: 240 °С, режим «без разделения потока» (splitless), время «без разделения потока времени» (splitless time) 2,0 мин.

Объем вводимой пробы: 1,0 мкл.

Температурная программа:	60 °С в течение 4 мин.	
	До 300 °С при 20 °С/мин. 300 °С в течение 6 мин. Время полной программы: 22 мин.	
Температуры анализатора:	Линия передачи:	280 °С
	Ионный источник:	180 °С (приблизительно).
	Квадруполь:	140 °С (приблизительно).
	Электронный умножитель:	65 °С (приблизительно).

Параметры мониторинга выбранных ионов (SIM):

Временной интервал 1	Ионы, выбранные для детектирования:	179,00 а.е.м, 235,00 а.е.м, 263,00 а.е.м, 291,00 а.е.м и 375,00 а.е.м.
	Время регистрации иона:	100 мс.
	Изменение выбора иона в течение:	14,8 мин.
Временной интервал 2	Ионы, выбранные для детектирования:	179,00 а.е.м, 233,00 а.е.м, 315,00 а.е.м, 351,00 а.е.м и 369,00 а.е.м.
	Время регистрации иона:	100 мс.

Приложение В
(справочное)

Достоверность метода

Данные в таблице В.1 были получены в результате совместного сравнительного испытания, проведенного пятью лабораториями.

Таблица В.1 – Результаты сравнительного испытания

Олово-органическое соединение	Ожидаемый результат	Лабораторные результаты								Средняя величина	Стандартное отклонение	Относительное стандартное отклонение, %
		1	2	3	4	5	6	7	8			
МБТ[a)]	1 000	1 545	868	1798	1 590	1 610	1 700	1 950	2 140	1 650	375	23
ДБТ[b)]	1 000	786	786	760	690	710	840	800	760	767	48	6
ТБТ[c)]	500	348	415	484	400	490	490	440	600	458	76	17

[a)] Монобутил.
[b)] Дибутил.
[c)] Трибутил.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование национального стандарта
ИСО 3696:1987	-	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

Библиография

[1] ISO/TR 16178, Footwear – Critical substances potentially present in footwear and footwear component

УДК 685.34.01:006.354 ОКС 61.060 М19 IDT

Ключевые слова: обувь, критические вещества, присутствие, оловоорганические соединения, определение, метод, образец, процедура, измерение, результат, протокол

Редактор *И.В. Гоголь*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.И. Мосур*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 37 экз. Зак. 3649.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru