ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 13365— 2015

КОЖА

Химические испытания
Метод жидкостной хроматографии для определения содержания консерванта (TCMTB, PCMC, OPP, OIT)

ISO 13365:2011
Leather — Chemical tests — Determination of the preservative (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) content in leather by liquid chromatography (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 международного стандарта, 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 19 августа 2015 г. № 1176-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО *13365:2011* «Кожа. Химические испытания. Определение содержания консерванта (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) в коже методом жидкостной хроматографии» (ISO 13365:2011 «Leather — Chemical tests — Determination of the preservative (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) content in leather by liquid chromatography»).

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 и действующие в этом качестве межгосударственные стандарты, 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

КОЖА

Химические испытания. Метод жидкостной хроматографии для определения содержания консерванта (TCMTB, PCMC, OPP, OIT)

Leather. Chemical tests.
Liquid chromatography method for determination of preservatives (TCMTB, PCMC, OPP, OIT)

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытаний с использованием жидкостной хроматографии для определения содержания в коже следующих консервирующих агентов:

- 2-(тиоцианометилтио)бензотиазола (TCMTB);
- 4-хлор-3-метилфенола (PCMC);
- 2-фенилфенола (OPP);
- 2-октил изотиазол-3 (2H)-он (OIT).

Консервирующие агенты необходимы для защиты кожи от микробиологического воздействия.

Примечание — Консервирующие агенты 4-хлор-3-метилфенол (PCMC) и 2-фенилфенол (OPP) могут быть определены также в соответствии с ИСО 17070 и их количество измерено с помощью газовой хромато-масс-спектрометрии (GC/MS).

2 Нормативные ссылки

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

ИСО 2418:2002 Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Определение местоположения образца (ISO 2418:2002, Leather — Chemical, physical and mechanical and fastness tests — Sampling location)

ИСО 4044:2008 Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний (ISO 4044:2008, Leather — Chemical tests — Preparation of chemical test samples)

ИСО 4684:2005 Кожа. Химические испытания. Определение летучего вещества (ISO 4684:2005, Leather — Chemical tests — Determination of volatile matter)

3 Принцип

Образец кожи экстрагируют соответствующим растворителем с использованием ультразвукового излучения. Профильтрованный экстракт анализируют с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым (УФ) детектированием.

Издание официальное

4 Реактивы

4.1 ТСМТВ, минимум 99,7 %.
4.2 Исходный раствор ТСМТВ, 500 мг/л в ацетонитриле.
4.3 РСМС, минимум 99,5 %.
4.4 Исходный раствор РСМС, 500 мг/л в ацетонитриле.
4.5 OPP, минимум 99,5 %.
4.6 Исходный раствор OPP, 500 мг/л в ацетонитриле.
4.7 OIT, минимум 97,0 %.
4.8 Исходный раствор OIT, 500 мг/л в ацетонитриле.
4.9 Ацетонитрил степени чистоты, достаточной для ВЭЖХ.
4.10 Вода степени чистоты, достаточной для ВЭЖХ.

5 Аппаратура и материалы

Требуется обычная лабораторная аппаратура и, в частности, нижеперечисленная.
5.1 Аналитические весы с точностью до 0,1 мг.
5.2 Система ВЭЖХ с УФ детектированием или с другими подходящими детекторами.
5.3 Разделительная колонка, противофаза С8 или С18 с соответствующими предварительными колонками.
5.4 Ультразвуковая баня, например, 40 кГц.
5.5 Мембранный фильтр, полиамид, 0,45 мкм.

6 Отбор проб и подготовка образцов

6.1 По возможности отбор проб проводят в соответствии с ИСО 2418 и измельчают в соответствии с ИСО 4044. Если отбор проб в соответствии с ИСО 2418 невозможен (например, кожу берут из готовых изделий, подобных обуви или одежде), подробности порядка отбора проб должны быть приведены в протоколе испытаний.

Образцы в промежуточных состояниях влажности, таких как «вет блю» (wet blue) и «вет уайт» (wet white), до измельчения должны быть высушены, как изложено в ИСО 4044.

6.2 Подготовка аналитического раствора

Взвешивают (1 ± 0,01) г измельченной кожи с точностью до 0,001 г и кладут ее в 100 мл коническую колбу. Отбирают пипеткой 20 мл ацетонитрила (см. 4.9) и добавляют к образцу кожи. Образец кожи экстрагируют в ультразвуковой бане (см. 5.4) в течение (60 ± 5) мин (80 % мощности ультразвука) при комнатной температуре. В процессе экстракции температура в смеси увеличивается до 35 °С.

Затем часть экстракта фильтруют через мембранный фильтр (см. 5.5) в подходящий сосуд.

Фильтрат анализируют с помощью ВЭЖХ (см. 5.2) и определяют количество обнаруженных консервантов.

6.3 Параметры хроматографии

Предлагаемые:

Разделительная колонка	колонка с обратной фазой (RP) (C8 HD, 250 мм/4 мм, 100Å, 5 мкм) с предварительной колонкой.
Скорость потока	0,8 мл/мин.
Подвижная фаза А	вода;
В	ацетонитрил.
Градиент	60 % В в течение 6 мин изократический, затем линейный до 95 % В в течение 9 мин.
Колоночный термостат	30 °С.
УФ детектирование	275 нм.
Объем вводимой пробы	20 мкл.

6.4 Калибровка

Калибровку проводят с использованием внешнего стандарта. Подготавливают адекватные разбавления (в ацетонитриле) исходных растворов консервантов (см. 4.2, 4.4, 4.6 и 4.8). Калибровку необходимо проводить с использованием не менее шести уровней концентраций. Калибровку завершают

построением графика площади пика консерванта по отношению к его концентрации, в микрограммах на миллилитр (мкг/мл).

Охватить весь диапазон концентраций в одной калибровочной кривой представляется невозможным ввиду сильно различающихся концентраций консервантов.

7 Расчет

Рассчитывают массовую долю w_i каждого обнаруженного консерванта в миллиграммах на килограмм (мг/кг) кожи, используя следующую формулу:

$$w_i = \frac{\rho \cdot V \cdot F \cdot 1000}{m \cdot 1000},$$

где w_i — массовая доля определенного консерванта в коже, мг/кг;

ρ — массовая концентрация консерванта, полученная из калибровки, мкг/мл;

V — объем экстракта, мл;

F — фактор разведения;

m — масса взвешенного образца, г.

Массовую долю каждого консерванта приводят в миллиграммах на килограмм (мг/кг), округленную с точностью до 0,1 мг.

Массовую долю консерванта, отнесенную к сухому веществу в соответствии с ИСО 4684, рассчитывают, используя следующую формулу:

$$w_{dm} = w \cdot D,$$

где w_{dm} — массовая доля консерванта в образце, мг/кг, в пересчете на сухое вещество;

w — массовая доля консерванта, мг/кг, в испытанном образце;

D — коэффициент пересчета на сухое вещество:

$$D = \frac{100}{100 - w_v},$$

где w_v — массовая доля летучего вещества по ИСО 4684, %.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) тип, происхождение и обозначение анализируемого продукта и используемый метод отбора проб;

c) тип детектирования ВЭЖХ;

d) аналитический результат для каждой массовой доли консерванта, мг/кг, округленный до одного десятичного знака;

e) любое отклонение от установленной процедуры.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 2418:2002	IDT	ГОСТ ISO 2418—2013 «Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на устойчивость. Установление места отбора проб»
ИСО 4044:2008	IDT	ГОСТ ISO 4044—2014 «Кожа. Химические испытания. Подготовка образцов для химических испытаний»
ИСО 4684:2005	—	*

* 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.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 17070 Leather — Chemical tests — Determination of pentachlorophenol content (ИСО 17070 Кожа. Химические испытания. Определение содержания пентахлорофенола)

УДК 675.014.04:006.354 ОКС 59.140.30

Ключевые слова: кожа, консервант, метод, жидкостная хроматография, проба, образец, процедура, результат, протокол

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

Сдано в набор 30.10.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 36 экз. Зак. 3789.

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

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

gost.e-ecolog.ru