МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 17070— 2011

КОЖА

Метод определения содержания пентахлорфенола

(ISO 17070:2006, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 424 «Кожа и обувь», Открытым акционерным обществом «Центральный научно-исследовательский институт кожевенно-обувной промышленности» (ОАО «ЦНИИКП») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 ноября 2011 г. № 40)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азгосстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узгосстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 декабря 2011 г. № 1545-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 17070—2011 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2012 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17070:2006 Leather. Chemical tests. Determination of pentachlorophenol content (Кожа. Химические испытания. Определение содержания пентахлорфенола).

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия — идентичная (IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта в связи с особенностями построения межгосударственной системы стандартизации.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р ИСО 17070—2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2013

В Российской Федерации 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 Основные принципы 1
4 Аппаратура 1
5 Реактивы 2
6 Отбор и подготовка образцов 2
7 Проведение анализа 2
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытаний 4
Приложение А (справочное) Надежность метода 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОЖА

Метод определения содержания пентахлорфенола

Leather. Chemical tests. Determination of pentachlorophenol content

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания пентахлорфенола (PCP), его солей и эфиров в коже.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты.

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

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

ISO 4044:2008 Leather — Chemical tests — Preparation of chemical tests samples (Кожа. Химический анализ. Подготовка образцов для химического анализа)

ISO 4684:2005 Leather — Chemical tests — Determination of volatile matter (Кожа. Химические испытания. Определение содержания летучих веществ)

3 Основные принципы

Пробу кожи подвергают перегонке с водяным паром.

После экстракции в *n*-гексане PCP ацетилируют уксусным ангидридом, и ацетаты PCP анализируют газовой хроматографией с электронно-захватным детектором (ECD) или масс-спектральным детектором (MSD). Количественное определение проводят методом внешнего стандарта, корректировку проводят методом внутреннего стандарта.

4 Аппаратура

4.1 Газовый хроматограф с ECD или MSD.

4.2 Весы лабораторные, с погрешностью взвешивания до 0,1 мг.

4.3 Подходящий аппарат для перегонки с водяным паром.

4.4 Аппарат для встряхивания.

4.5 Колбы мерные вместимостью 500, 50 $см^3$.

4.6 Колбы конические вместимостью 100 $см^3$.

4.7 Делительная воронка вместимостью 250 $см^3$ или подходящий сосуд, позволяющий разделить органическую и водную фазы, которые могут быть закрыты при проведении встряхивания.

4.8 Пипетка Пастера, градуированная пипетка, соответствующая автопипетка.

4.9 Сито с бумажным фильтром класса 4, диаметр 125 мм.

Издание официальное

5 Реактивы

Все используемые реактивы должны иметь квалификацию «ч. д. а.».

5.1 PCP-растворы

Растворы пентахлорфенола могут состоять из пентахлорфенола, его солей и эфиров.

5.1.1 Пентахлорфенол, 100 мкг/см^3 в ацетоне.

5.1.2 PCP-ацетат, 10 мкг/см^3 в *n*-гексане.

5.1.3 PCP-ацетат — стандарт, 0,04 мг/дм^3 PCP-ацетат (соответствует 0,0346 мг PCP/дм^3) в *n*-гексане.

5.2 Тетрахлоргваякол (TCG) (tetrachloro-o-methoxyphenol), 100 мкг/см^3 ацетона, фабричная марка и внутренний стандарт, точка плавления — 118 °С—119 °С.

5.3 Серная кислота, 1 моль/дм^3.

5.4 *n*-гексан, для получения анализируемого вещества.

5.5 Карбонат калия, K_2CO_3.

5.6 Уксусный ангидрид, $C_4H_6O_3$.

5.7 Сульфат натрия безводный.

5.8 Дистиллированная вода 3-го класса качества — по ISO 3696.

5.9 Триэтиламин.

5.10 Ацетон.

6 Отбор и подготовка образцов

Отбор образцов кож проводят по ISO 2418. Если отбор образцов в соответствии с ISO 2418 не представляется возможным (например, кожа от готовых изделий — обуви, одежды), то подробности отбора образцов должны быть отражены в протоколе испытаний. Подготовка образцов кожи для анализа — по ISO 4044.

7 Проведение анализа

7.1 Перегонка с водяным паром

Навеску кожи приблизительно 1,0 г помещают в аппарат для перегонки паром (4.3). Добавляют 20 см^3 1 моль/дм^3 серной кислоты (5.3) и 0,1 см^3 исходного раствора TCG (5.2). Вместимость сосуда, используемого для перегонки паром, зависит от применяемого аппарата. В качестве приемника используют мерную колбу вместимостью 500 см^3 (4.5) с 5 г K_2CO_3 (5.5).

Перегоняется приблизительно 450 см^3. Полученный объем доводят до метки водой.

В случае сильного вспенивания нагрев должен быть уменьшен.

7.2 Жидкофазная экстракция и ацетилирование

7.2.1 Помещают 100 см^3 продукта перегонки (8.1) в делительную воронку вместимостью 250 см^3 (4.7).

7.2.2 Добавляют 20 см^3 *n*-гексана (5.4), 0,5 см^3 триэтиламина (5.9) и 1,5 см^3 жидкого уксусного ангидрида (5.6) и энергично встряхивают в течение 30 мин на аппарате для встряхивания (4.4).

Разделение на две фазы сильно зависит от интенсивности встряхивания. Для этого применяют аппарат для встряхивания с высокой частотой (по крайней мере 200 циклов/мин). Не допускается встряхивание вручную, так как это приведет к получению недостоверных результатов. Компенсационное давление должно быть доведено прежде, чем делительная воронка (4.7) будет установлена в аппарате для взбалтывания (4.4).

7.2.3 После разделения фаз органический слой переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3 (4.6), а водный слой снова встряхивают с 20 см^3 *n*-гексана.

7.2.4 Объединенные экстракты *n*-гексана обезвоживают с безводным сульфатом натрия (5.7) в конической колбе вместимостью 100 см^3 (4.6) приблизительно в течение 10 мин.

7.2.5 Затем экстракт *n*-гексана количественно переносят через фильтр (4.9) в мерную колбу вместимостью 50 см^3, промывая фильтр *n*-гексаном.

7.2.6 Полученный объем доводят до метки *n*-гексаном.

7.2.7 Проводят газохроматографический анализ GC этого раствора (4.1).

7.3 Приготовление калибровочных смесей для ацетилирования PCP и TCG

7.3.1 Исходные PCP- и TCG-стандарт для установления степени извлечения.

Чтобы вычислить степень извлечения, готовят смесь PCP/TCG — стандарт как для образца кожи. Отмеряют 100 дм^3 исходного раствора (5.1.1) и 100 дм^3 TCG (5.2) в сосуд для дистилляции вместе с 20 см^3 серной кислоты (5.3). Этот раствор подвергают тем же действиям, что и образец.

Степень извлечения должна быть более чем 90 %.

7.3.2 PCP-ацетат-стандарт (Внешний стандарт)

Кроме того, анализируют PCP-ацетат-стандарт (5.1.3) непосредственно газовой хроматографией. Конечная концентрация для GC составляет 0,04 мг/дм^3 PCP-ацетат.

Эту норму включают в расчеты.

7.3.3 Исходный TCG-стандарт

Ацетилируют 20 мкдм^3 TCG-раствор (5.2) в 30 см^3 K_2CO_3 0,1 моль/дм^3 таким же образом, как и образец, и переносят органический слой в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (4.5).

Анализируют TCG-стандарт таким же образом, как и образец.

7.4 Капиллярная газовая хроматография (GC)

Приведенные условия проведения хроматографического анализа являются только примерами.

Капиллярная колонка:	плавленый кварц (средняя полярность), например 95 % Этан – 5 % дифенилполисилоксан, длина 50 м; внутренний диаметр: 0,32 мм; толщина пленки: 0,25 мкм
Детектор/температура детектора:	ECD / 280 °C
Инжекторная система:	деление потока 60 с
Объем инжектора:	2 мкдм^3
Температура инжектора:	250 °C
Газ-носитель:	Гелий
Состав газа:	Аргон (95 %) / Метан (5 %)
Температурная программа:	80 °C (1 мин) 6 °C/мин $\rightarrow$280 °C (10 мин)

8 Обработка результатов

Сравнивают области одиночных пиков с областями стандарта, которые были проанализированы одновременно и рассчитаны.

Вычисляют концентрацию PCP как массовую долю, w_{PCP}, в миллиграммах на килограмм (мг/кг) образца кожи согласно следующим уравнениям:

$$w_{PCP} = \frac{A_{PCP} \cdot c_{PCPSt} \cdot V \cdot \beta \cdot F_{TCG}}{A_{PCPSt} \cdot m},$$

$$F_{TCG} = \frac{A_{TCG,\,калибровка}}{A_{TCG,образец}},$$

где A — площадь пика;

c — концентрация PCP-стандарт, мкг/ см (5.1.3) (0,04 мг PCP-ацетат, эквивалентный 0,0346 мг PCP);

m — масса образца, г;

V — окончательный объем пробы, см^3;

β — коэффициент разбавления;

F — коэффициент внутреннего стандарта (TCG).

Индексы:

PCPSt — пентахлорфенол-стандарт

TCG — внутренний стандарт.

Результаты пересчитывают на абсолютно сухую кожу:

$$w_{PCP\text{-}dry} = w_{PCP} \cdot D,$$

где D — коэффициент пересчета результата испытаний на абсолютно сухое вещество: $D = 100/100 - w$;

w — массовая доля влаги образца, определенного по ISO 4684, %.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- тип, происхождение и обозначение проанализированного образца кожи и используемого метода осуществления выборки;
- результаты анализа содержания PCP в миллиграммах на килограмм (мг/кг), округленные до десятичного знака;
- используемую аналитическую методику;
- любые отклонения от аналитической методики;
- дату проведения анализа.

Приложение А
(справочное)

Надежность метода

Количественная норма определения PCP:	0,1 мг/кг
Извлечение PCP:	От 96 % до 107 % (от 0,09 частей на миллион до 3 частей на миллион)
Извлечение PCP-ацетат-стандарт:	80 %

Существует вероятность количественного определения три- и тетрахлорфенола.
Метод проверен межлабораторными испытаниями трех различных типов кож (A, B и C).

Т а б л и ц а А.1 — Межлабораторные испытания

Содержание в миллиграммах на килограмм (мг/кг)

Кожа	Значение	s_r	r	s_R	R
A	6,7	0,4	1,2	0,8	2,3
B	16,8	0,5	1,4	2,1	5,8
C	5,0	0,3	0,9	0,6	1,5

Условные обозначения:
s_r — стандартное отклонение повторяемости;
r — повторяемость;
s_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
R — воспроизводимость.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 2418:2002 Кожа. Химические, физические и механические испытания и испытания на прочность. Определение местоположения образцов	—	*
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	—	*
ISO 4044:2008 Кожа. Химический анализ. Подготовка образцов для химического анализа	—	*
ISO 4684:2005 Кожа. Химические испытания. Определение содержания летучих веществ	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует.		

УДК 675.006:354 МКС 59. 140.30 IDT

Ключевые слова: кожа, определение, содержание пентахлорфенола, газовая хроматография

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М. В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 27.11.2013. Подписано в печать 02.12.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 67 экз. Зак. 1432.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru