ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17070— 2009

КОЖА

Метод определения содержания пентахлорфенола

ISO 17070:2006
Leather — Chemical tests — Determination of pentachlorophenol content (IDT)

Издание официальное

БЗ 12—2009/992

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Центральный научно-исследовательский институт кожевенно-обувной промышленности» (ОАО «ЦНИИКП») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в п. 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 15 декабря 2009 г № 825-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17070:2006 Кожа. Химические испытания. Определение содержания пентахлорфенола (ISO 17070:2006 «Leather — Chemical tests — Determination of pentachlorophenol content»). При этом наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2010

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 В (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОЖА

Метод определения содержания пентахлорфенола

Leather. Method for determination of pentachlorophenol content

Дата введения — 2011—01—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:

ИСО 4684 Кожа. Химические испытания. Определение содержания летучих веществ

ИСО 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания

ИСО 4044 Кожа. Химический анализ. Подготовка образцов для химического анализа

ИСО 2418 Кожа. Химические, физические и механические испытания на прочность. Определение местоположения образцов

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, диаметром 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 °C — 119 °C.

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 ИСО 3696.

5.9 Триэтиламин.

5.10 Ацетон.

6 Отбор и подготовка образцов

Отбор образцов кож проводят по ИСО 2418. Если отбор образцов в соответствии с ИСО 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 ИСО 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 см^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 дм^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 секунд
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 → 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^3 (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 ИСО 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).

Таблица 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 В
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам

Таблица В.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 4684:2005	—	*
ИСО 3696:1987	—	*
ИСО 2418:2002	—	ГОСТ 938.0—75 Кожа. Правила приемки. Методы отбора проб
ИСО 4044:2008	—	*
* 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.		

УДК 675.006:354 ОКС 59.140.30 86 0000 М11

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

Редактор *М.Н. Панфилова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 02.11.2010. Подписано в печать 26.11.2010. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 92 экз. Зак. 954.

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