
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 (ТСМТВ, РСМС, ОРР, ОИТ)

ISO 13365:2011
Leather — Chemical tests — Determination of the preservative
(ТСМТВ, РСМС, ОРР, ОИТ) content in leather by liquid chromatography
(ИДТ)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

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 (www.gost.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

КОЖА

**Химические испытания.
Метод жидкостной хроматографии для определения
содержания консерванта (ТСМТВ, РСМС, ОРР, ОИТ)**

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 (ТСМТВ);
- 4-хлор-3-метилфенола (РСМС);
- 2-фенилфенола (ОРР);
- 2-октил изотиазол-3 (2H)-он (ОИТ).

Консервирующие агенты необходимы для защиты кожи от микробиологического воздействия.

Примечание — Консервирующие агенты 4-хлор-3-метилфенол (РСМС) и 2-фенилфенол (ОРР) 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.

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 ОРР, минимум 99,5 %.
- 4.6 Исходный раствор ОРР, 500 мг/л в ацетонитриле.
- 4.7 ОИТ, минимум 97,0 %.
- 4.8 Исходный раствор ОИТ, 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 ($1 \pm 0,01$) 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) (С8 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**

Т а б л и ц а 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	—	*
<p>* 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.</p> <p>П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.</p>		

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 $\frac{1}{8}$. 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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru