|  |
| --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ** **(ЕАСС)****EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION****(EASC)** |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ****СТАНДАРТ** | **ГОСТ** **ISO 14362-1-** *(проект, RU, окончательная редакция)* |

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ТЕКСТИЛЬНЫЕ**

**Методы определения некоторых ароматических аминов, выделяемых из азокрасителей.**

**Часть 1**

**Обнаружение использования некоторых азокрасителей, выделяемых из волокон с экстракцией и без экстракции**

**(ISO 14362-1:2017, IDT)**

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

**Минск**

**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

**\*\*\*\***

**Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Инновационный научно-производственный центр текстильной и легкой промышленности» (АО «ИНПЦ ТЛП») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии 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 № )

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 |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14362‑1:2017 «Материалы и изделия текстильные. Методы определения некоторых ароматических аминов, выделяемых из азокрасителей. Часть 1. Обнаружение использования некоторых азокрасителей, выделяемых из волокон с экстракцией и без экстракции» (ISO 14362-1:2017, Textiles — Methods for determination of certain aromatic amines

 derived from azo colorants — Part 1: Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibres, IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом CEN/TC 248 «Текстиль и текстильные изделия», совместно с Техническим комитетом ISO TC 38 «Текстиль» Международной организации по стандартизации (ISO).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным органам по стандартизации этих государств.

**Содержание**

|  |  |
| --- | --- |
| 1 Область применения………………………………………………………………….…. |  |
| 2 Нормативные ссылки……………………………………………………………..….….. |  |
| 3 Термины и определения……………………………………………………………..….. |  |
| 4 Общие положения………………………………………………………………………... |  |
| 5 Сущность метода……………………………………………………………………...…. |  |
| 6 Меры предосторожности………………………...……………………………………… |  |
| 7 Реактивы…………………………………………………………………………………… |  |
| 8 Аппаратура………………………………………………………………………………… |  |
| 9 Отбор и подготовка испытуемых проб………………………………….......... |  |
| 10 Процедура………………………………………………………………………………... |  |
| 11 Оценка…………………..…………….………………..…........................................... |  |
| 12 Протокол испытаний……………………………………………………………………. |  |
| Приложение А (справочное) Хроматографический анализ………………………….  |  |
| Приложение В (информативное) Достоверность метода………………………… |  |
| Приложение С (информативное) Руководство по оценке — Интерпретация результатов анализа………………………………………………… |  |
| Приложение D (информативное) Пояснительная таблица по красителям, используемым в различных текстильных материалах……….. |  |
| Приложение Е (информативное) Процедура экстракции жидкость-жидкость без диатомовой земли………………………………………………. |  |
| Приложение F (нормативное) Красители. Методы определения некоторых ароматических аминов………………………………………………. |  |
| Приложение G (информативное) Пигменты………………………………………….. |  |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам …………………………………………………………… |  |
| Библиография…………………………………………………………………………….… |  |

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

**МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ТЕКСТИЛЬНЫЕ**

**Методы определения некоторых ароматических аминов, выделяемых из азокрасителей.**

**Часть 1**

**Обнаружение использования некоторых азокрасителей, выделяемых из волокон с экстракцией и без экстракции**

Textiles. Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants. Part 1. Detection of the use of certain azo colorants accessible with and without extracting the fibres

**Дата введения**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт описывает метод обнаружения применения некоторых азокрасителей, которые не могут быть использованы в производстве или обработке некоторых товаров широкого потребления, изготовленных из текстильных волокон и которые выделяются восстановителем с экстракцией или без нее.

Азокрасители, доступные восстановителю без экстракции, это те, которые используются для окрашивания пигментами или в качестве красителя:

— целлюлозных волокон (например: хлопок, вискоза),

— белковых волокон (например: шерсть, шелк), и

— химических волокон (например: полиамид, акрил).

Азокрасители, выделяемые при экстракции, используются для окрашивания искусственных волокон дисперсными красителями. Нижеперечисленные искусственные волокна могут быть окрашены с дисперсными красителями: полиэфир, полиамид, ацетат, триацетат, акрил и хлорволокно.

Метод подходит для всех цветных текстильных материалов, например: окрашенных, печатных и текстильных материалов с покрытием.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISО 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте термины и определения не применены.

ISO и IEC поддерживают терминологическую базу данных, используемую в целях стандартизации по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ISO: доступна по адресу https://www.iso.org/obp/

- Электропедия IEC: доступна по адресу http://www.electropedia.org/

**4 Общие положения**

Некоторые азокрасители могут выделять при восстановительном расщеплении азогрупп(ы), один или более из следующих ароматических аминов.

Таблица 1 — Целевые ароматические аминыС

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Номер | CAS номер | Индексный номер | EC номер | Вещества |
| 1  | 92-67-1 | 612-072-00-6 | 202-177-1 | бифенил-4-иламин 4-аминобифенил ксениламин |
| 2  | 92-87-5 | 612-042-00-2 | 202-199-1 | бензидин  |
| 3  | 95-69-2 | 612-196-00-0 | 202-441-6 | 4-хлоро-o-толуидин |
| 4  | 91-59-8 | 612-022-00-3 | 202-080-4 | 2- нафтиламин  |
| 5a  | 97-56-3 | 611-006-00-3 | 202-591-2 | o- аминоазотолуол 4-амино-2’,3-диметилазобензол 4-o-толил-o-толуидин |
| 6a  | 99-55-8 | 612-210-00-5 | 202-765-8 | 5-нитро-o-толуидин 2-амино-4-нитротолуол |
| 7  | 106-47-8 | 612-137-00-9 | 203-401-0 | 4-хлороанилин |
| 8  | 615-05-4 | 612-200-00-0 | 210-406-1 | 4-метокси-м-фенилендиамин 2,4-диаминоанизол |
| 9  | 101-77-9 | 612-051-00-1 | 202-974-4 | 4,4’-метилендианилин 4,4’-диаминодифенилиетан |
| 10  | 91-94-1 | 612-068-00-4 | 202-109-0 | 3,3’-дихлоробензидин 3,3’-дихлоробифенил-4,4’-илендиамин |
| 11  | 119-90-4 | 612-036-00-X | 204-355-4 | 3,3’-диметоксибензидин o-дианизидин |
| 12  | 119-93-7 | 612-041-00-7 | 204-358-0 | 3,3’-диметилбензидин 4,4’-би-o-толуидин |
| 13  | 838-88-0 | 612-085-00-7 | 212-658-8 | 4,4’-метиленди-o-толуидин |
| 14  | 120-71-8 | 612-209-00-X | 204-419-1 | 6-метокси-м-толуидин p-крезидин |
| 15  | 101-14-4 | 612-078-00-9 | 202-918-9 | 4,4’-метилен-бис-(2-хлоро-анилин) 2,2’-дихлоро-4.4’-метилен-дианилин |

*Окончание таблицы 1*

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Номер | CAS номер | Индексный номер | EC номер | Вещества |
| 16  | 101-80-4 | 612-199-00-7 | 202-977-0 | 4,4’-оксидианилин |
| 17  | 139-65-1 | 612-198-00-1 | 205-370-9 | 4,4’-тиодианилин |
| 18  | 95-53-4 | 612-091-00-X | 202-429-0 | o-толуидин 2-аминотолуол |
| 19  | 95-80-7 | 612-099-00-3 | 202-453-1 | 4-метил-м-фенилендиамин 2,4-толуилендиамин 2,4-диаминотолуол |
| 20  | 137-17-7 | 612-197-00-6 | 205-282-0 | 2,4,5-триметиланилин |
| 21  | 90-04-0 | 612-035-00-4 | 201-963-1 | o-анизидин 2-метоксианилин |
| 22b  | 60-09-3 | 611-008-00-4 | 200-453-6 | 4-аминоазобензол |
| a CAS-номера 97-56-3 (No. 5) и 99-55-8 (No. 6) в дальнейшем переведены в CAS-номера 95-53-4 (No. 18) и 95- 80-7 (No. 19). b Азокрасители, которые способны образовывать 4-аминоазобензол, генерируют в условиях данного метода анилин (CAS-номер 62–53–3) и 1,4-фенилендиамин (CAS-номер 106–50–3). Из-за ограниченных пределов обнаружения может быть найден только анилин. Если анилин обнаружен выше 5 мг/кг, то наличие этих красителей следует проверить по ISO 14362-3. c Целевые ароматические амины это ароматические амины, запрещенные Регламентом (EC) No 1907/2006 Европейского парламента и Совета от 18 декабря 2006, касающиеся регистрации, оценки, разрешения и ограничения химических веществ (REACH), созданного Европейским агентством по химическим веществам.  |

**5 Сущность метода**

После отбора окрашенной испытуемой пробы из текстильного изделия, испытуемую пробу испытывают с использованием экстракции красителя для дисперсных красителей и/или методом прямого восстановления для других классов красителей (пигменты и/или красители).

Применение одного из двух методов основано на природе волокна(он) испытуемой пробы (состоит из чистого волокна или смесей волокон) и цветовой обработки (окрашивание или процесса печати). При осуществлении метода экстракции красителя для получения дисперсных красителей, краситель сначала экстрагируют из волокна в паровой фазе (см. рисунок 1), используя ксилол с обратным холодильником. Экстракт концентрируют и переносят в реакционный сосуд с метанолом для последующего восстановления с дитионитом натрия в цитратном буферном водном растворе (рН = 6) при 70 ºС.

Если испытуемая проба текстильного материала обесцветилась не полностью после экстракции ксилолом, необходимо снова подготовить новую испытуемую пробу и подвергнуть переработке методом для неэкстрагируемых классов красителей. При использовании метода для неэкстрагируемых классов красителей, испытуемую пробу обрабатывают дитионитом натрия в цитратном буферном водном растворе (pH = 6) при 70 °C в закрытом сосуде.

После восстановления, любой амин, выделенный в процессе, переводят в фазу *трет*-бутилметилового эфира путем экстракции жидкость-жидкость, используя колонки диатомовой земли. Экстракт *трет*-бутилметиловый эфир концентрируют, а остаток помещают в подходящий раствор для обнаружения и определения аминов, используя хроматографию (см. приложение A).

Метод проверки, использующий экстракцию жидкость-жидкость без колонок диатомовой земли описан в приложении E.

Если какие-либо амины обнаружены одним хроматографическим методом, то подтверждение должно быть проведено, используя один или более альтернативных методов.

**6 Меры предосторожности**

**Предупреждение — Вещества [амины] перечисленные в разделе 4 классифицируются как вещества известные или предположительно опасные для человека канцерогены.**

**Обращение и утилизация этих веществ должны выполняться в строгом соответствии с национальными регламентами по здравоохранению и безопасности.**

Испытатель несет ответственность за применение безопасных и надежных способов обращения с материалами в данном методе испытания. Для получения специальных сведений, таких как паспорт безопасности материалов и других рекомендаций, необходимо проконсультироваться с изготовителями.

**7 Реактивы**

При отсутствии специальных указаний, должны использоваться химикаты аналитической степени чистоты.

7.1 Ксилол (смесь изомеров) CAS номер 1330-20-7.

7.2 Ацетонитрил.

7.3 Метанол.

7.4 *Трет*-бутилметиловый эфир.

7.5 Буферный раствор цитрат/гидроокись натрия, pH = 6, *c* = 0,06 моль/л[[1]](#footnote-2)).

7.6 Водный раствор дитионита натрия, *ρ* = 200 мг/см3[[2]](#footnote-3)) свежеприготовленный (который будет использован в течение 1 ч).

7.7 Диатомовая земля.

7.8 Аминосодержащие вещества — амины с 1 по 4, с 7 по 21 (как установлено в таблице 1), а анилин и 1,4-фенилендиамин — все наивысшей доступной чистоты.

**7.9 Стандартные растворы**

7.9.1 Основной раствор аминов с концентрацией равной или большей, чем 300 мкг каждого амина на миллилитр подходящего растворителя.

Примечание — Ацетонитрил является подходящим растворителем для этого основного раствора, обеспечивающим хорошую устойчивость аминов.

7.9.2 Калибровочный раствор аминов для ежедневного использования.

Разбавляют основной раствор (7.9.1) до концентрации *ρ* = 15,0 мкг амина на каждый миллилитр подходящего растворителя.

7.9.3 Калибровочные растворы аминов для количественного определения, диапазон концентраций от 2 до 50 мкг амина на каждый миллилитр подходящего растворителя. Если используется газовая хроматография, перед введением добавить 10 мкл внутреннего стандартного раствора (7.9.4) на миллилитр.

Примечание — Каждая лаборатория несет ответственность за выбор надлежащих концентраций для калибровки.

7.9.4 Внутренние стандарты в растворе (IS), *ρ* = 1,0 мг/см3 в подходящем растворителе.

При проведении анализа методом ГХ-МС (GC-MS) используют один из следующих внутренних стандартов:

— IS1: нафталин-d8, CAS номер: 1146-65-2;

— IS2: 2,4,5-трихлоранилин, CAS номер: 636-30-6;

— IS3: антрацен-d10, CAS номер: 1719-06-8.

7.9.5 Индикатор для позднего вымывания аминов: бензидин-d8, CAS номер: 92890-63-6.

*ρ* = 0,5 мг/см3 бензидина-d8 в растворе (7.9.4)

бензидин-d8 (CAS 92890-63-6) подходящий индикатор для искажений в поздней части ГХ (GC) хроматограммы (10.5).

7.10 Водный раствор гидроокиси натрия, массовая доля 10 %.

7.11 Вода третьей степени чистоты, соответствующая ISO 3696.

**8 Аппаратура**

8.1Аппаратура для экстракции, соответствующая рисунку 1, состоит из

— змеевикового охладителя NS 29/32,

— крюка, изготовленного из инертного материала, для установки испытуемой пробы в месте, где на него будет стекать сконденсированный растворитель,

— круглодонной колбы NS 29/32 емкостью 100 см3, и

— нагревательного элемента.

Рисунок 1 – Аппаратура

Допускается использовать аналогичную аппаратуру, если будут получены такие же результаты.

8.2 Ультразвуковая ванна

8.3 Реакционный сосуд (от 20 до 50 см3) из термостойкого стекла, с плотно-закрытой пробкой.

8.4 Нагревательный элемент, поддерживающий температуру (70 ± 2) °C.

8.5 Стеклянная или полипропиленовая колонка внутренним диаметром от 25 до 30 мм, длиной от 130 до 150 мм, заполненная 20 г диатомовой земли (7.7), оборудованная стекловолокнистым фильтром на выходе.

Колонки с диатомовой землей приобретаются заранее заполненными и используются в таком виде, или 20 г диатомовой земли заполняют стеклянную или полипропиленовую колонку заданного размера.

8.6 Ротационный вакуумный испаритель с контролем вакуума и водяной баней.

Могут быть использованы другие виды испарительной аппаратуры, например: водяная баня с контролируемым потоком азота над жидкостью.

8.7 Пипетки необходимых размеров или регулируемые пипетки.

8.8 Хроматографическое оборудование, выбираемое из нижеперечисленного:

8.8.1 Тонкослойная хроматография ТСХ (TLC) или высокоэффективная тонкослойная хроматография ВЭТСХ (HPTLC), включая соответствующее детектирование.

8.8.2 Высокоэффективный жидкостный хроматограф ВЭЖХ (HPLC) с градиентным проявлением и диодно-матричным детектором ДМД (DAD) или масс-селективным детектором МСД (MS).

8.8.3 Газовый хроматограф ГХ (GC) с плазменно-ионизирующим детектором ПИД (FID) или масс-селективным детектором МСД (MS).

8.8.4 Капиллярный электрофорез КЭ (CE) с диодно-матричным детектором ДМД (DAD).

8.8.4.1 Мембранный фильтр PTFE (политетрафторэтилен), размером 0,2 мкм, адаптированный для капиллярного электрофореза (8.8.4)

Примечание — Описания хроматографических условий приведены в
приложении A.

**9 Отбор и подготовка испытуемых проб**

**9.1 Общие положения**

Испытуемую пробу отбирают, основываясь на следующих критериях:

— части текстильного изделия (9.2);

— природа компонентов волокна (состав волокна) (9.3 и 9.4);

— цветные материалы (9.6), особенно, когда используются пигменты (9.5).

Подготавливают испытуемую пробу, нарезая текстильное изделие полосками или кусками (смотри ниже) для того, чтобы получить общую массу 1 г.

Для испытуемых проб, подвергающихся экстракции красителя (10.1):

— нарезают текстильное изделие полосками если используют аппаратуру, описанную в 8.1, или

— нарезают текстильное изделие маленькими кусками, если используют другую аппаратуру или если испытуемые пробы будут подвергнуты процедуре восстановительного расщепления (10.3).

**9.2 Текстильное изделие**

Если текстильное изделие промежуточный продукт, такой как пряжа, текстильные материалы и т.д. испытуемые пробы вырезают из него.

Если текстильное изделие состоит из нескольких частей текстильных продуктов, таких как предметы одежды, отрезают испытуемые пробы от всех частей текстильного изделия, которые могут быть:

- основным(ыми) текстильным(ыми) материалом(ами),

- подкладкой(ами),

- карманным(ыми) текстильным(ыми) материалом(ами),

- вышивками;

- ярлыком(и) для текстильного изделия,

- завязкой(ами),

- застежкой(ами),

- искусственным мехом, или

- швейными нитками.

Если масса некоторых частей (например: ярлыков, швейных ниток, вышивок маленького размера) не достигает требуемой массы (1 г) испытывают идентичные части в сборе, когда применимо. Если общая масса материала менее 0,5 г, этот материал определяется как незначительный компонент (см. C.1.).

Менее 0,2 г материала, анализ не проводится.

Вышивки должны взвешиваться вместе с основным текстильным материалом.

**9.3 Состав волокна**

Применение настоящего стандарта частично основывается на экстракции красителей, идентифицируют природу компонентов текстильного материала, чтобы можно было определить возможное использование дисперсных красящих веществ.

Таблица 2 обобщает 4 случая:

Таблица 2 – Применение экстракции красителя для дисперсных красителей (10.1) в зависимости от природы волокна

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Природа волокна | Использование дисперсных красящих веществ | Вариант | Необходима ли экстракция красителя для дисперсных красителей (10.1)? |
| Натуральное волокно | нет | A | нет |
| Искусственное волокно | нет | B | нет |
| не определено | C | да  |
| да | D | да |
| Если волокно не окрашено, волокно не должно испытываться |

Категории красящих веществ, используемые для натуральных или искусственных волокон приведены в приложении D.

**9.4 Варианты смесей волокон**

В случае, когда волокна разных типов перемешаны, следует обратиться к таблице 3 чтобы решить должна ли применяться экстракция красителя для дисперсных красителей (10.1).

Таблица 3 – Применение экстракции красителя для дисперсных красителей (10.1) или других красителей (10.2) в зависимости от смесей волокон

|  |  |
| --- | --- |
| Какие процедуры должны бить применены?  | Другие компоненты смеси |
| A | B | C | D |
| Компонент смеси | Ab | 10.2 | 10.2 | обе 10.1, 10.2 | обе 10.1, 10.2 |
| Bb | 10.2 | 10.2 | обе 10.1, 10.2 | обе 10.1, 10.2 |
| Cb | обе 10.1, 10.2 | обе 10.1, 10.2 | обе 10.1, 10.2 | обе 10.1, 10.2 |
| Db | обе 10.1, 10.2 | обе 10.1, 10.2 | обе 10.1, 10.2 | 10.1a |
| a  Где пигменты используются или где их присутствие не определено, применять так же 10.2 (см. 9.5).b См. таблицу 2 для значений A, B, C и D. |

**9.5 Цветные материалы с пигментами**

Если материал печатный или окрашенный с пигментами (приложение G), а также любой материал, где использование пигментов не определено, должен применяться метод 10.2.

**9.6 Цвета**

**9.6.1 Общие положения**

Все цвета должны быть испытаны.

«Белый» и неокрашенные волокна, нити или текстильный материал, не содержат азокрасителей и поэтому, эти части не испытываются. С другой стороны, следует обратить внимание на материалы с «бледной печатью», поскольку они могут содержать азокрасители.

**9.6.2 Вариант объединения цвета**

До трех цветов могут быть испытаны вместе.

Чтобы объединить три цвета, должны быть применены следующие правила. Эти правила перечислены в приоритетном порядке:

- выбирают три цвета из одной и той же части текстильного изделия;

- если три цвета нельзя взять из одной и той же части текстильного изделия, выбирают три цвета из частей текстильного материала изготовленных из одного и того же типа текстильного волокна

- если три цвета нельзя взять из одной и той же части текстильного изделия и из одного и того же типа текстильного волокна, выбирают три цвета из частей текстильного материала, для которых должна быть применена одна и та же процедура.

**9.6.3 Подготовка трехцветной испытуемой пробы**

Каждый цвет должен иметь приблизительно одинаковую массу, чтобы получить общую массу в 1г.

Если результат объединенной испытуемой пробы находится в диапазоне от 5 до 30 мг/кг любого из перечисленных аминов, необходимо провести отдельное испытание, поскольку результат испытаний одноцветной испытуемой пробы может превышать 30 мг/кг. Пределы количественного определения должны быть установлены для каждого амина в ходе процедур внутренней валидации.

**10 Процедура**

**10.1 Экстракция красителя для дисперсных красителей с ксилолом**

Испытуемую пробу текстильного материала, окрашенную с дисперсным красителем, выдерживают в экстракторе в соответствии с 8.1 над 25 см3 кипящего ксилола ориентировочно 40 мин или пока капли растворителя на испытуемой пробе не станут бесцветными. Экстракт ксилола охлаждают до комнатной температуры перед его удалением из экстрактора. Если экстракт бесцветный, это значит, что испытуемая проба текстильного материала фактически не окрашена дисперсными красителями, и нет необходимости продолжать процедуру.

Концентрируют экстракт ксилола в испарительной аппаратуре при температуре от 45 до 75 °C до образования осадка. Этот осадок количественно переносят в реакционный сосуд с порциями метанола, используя ультразвуковую ванну для диспергирования красителя (если конечный объем более 2 см3, уменьшают его приблизительно до 2 см3), и приступают к восстановительному расщеплению (10.3). Если испытуемая проба текстильного материала не полностью обесцвечивается после экстракции, дополнительно должна быть испытана вторая испытуемая проба в соответствии с 10.2.

**10.2 Текстильные материалы, окрашенные пигментами и/или окрашенные красителями, отличными от дисперсных красителей**

Если испытуемая проба текстильного материала содержит волокна, относящиеся только к вариантам А и/или В (9.4), или окрашена пигментами, помещают испытуемую пробу непосредственно в реакционный сосуд.

Если испытуемая проба текстильного материала не полностью обесцвечивается после применения процедуры, описанной в 10.1, вторая испытуемая проба должна быть нарезана и подготовлена в соответствии с 9.1 и помещена непосредственно в новый реакционный сосуд.

**10.3 Восстановительное расщепление**

Добавляют 15 см3 цитратного буферного раствора (7.5), предварительно нагретого до 70 °C, в реакционный сосуд. Реакционный сосуд плотно закрывают и выдерживают (30 ± 1) мин при (70 ± 2) °C.

Затем в реакционный сосуд добавляют 3,0 см3 водного раствора дитионита натрия (7.6) для восстановительного расщепления азогрупп, который затем энергично встряхивают и немедленно снова выдерживают при (70 ± 2) °C еще на (30 ± 1) мин, после чего охлаждают до комнатной температуры (20 - 25 °C) в течение 3 мин.

**10.4 Отделение и концентрирование аминов**

Добавляют 0,2 см3 раствора NaOH (7.10) к реакционному раствору и энергично взбалтывают. Переносят реакционный раствор в колонке с диатомовой землей (8.5) и дают абсорбироваться с колонкой в течение 15 мин.

Тем временем, добавляют 10 см3 *трет*-бутилметилового эфира в реакционный сосуд, энергично взбалтывают и через 15 мин *трет*-бутилметиловый эфир сцеживают (в варианте 10.2, с волокнами) в верхнюю часть колонки и элюат собирают в 100 см3 круглодонную колбу со стандартным притертым соединением или в стеклянный сосуд для испарительной аппаратуры (8.6).

Реакционный сосуд промывают с 10 см3 *трет*-бутилметилового эфира и переносят растворитель в колонку. Впоследствии, 60 см3 *трет*-бутилметилового эфира наливают непосредственно в колонку.

Для обнаружения и количественного определения амина экстракт *трет*-бутилметилового эфира концентрируют до приблизительно 1 см3 (не досуха) при температуре не более 50 °C. Если необходимо произвести замену на другой растворитель, осторожно удаляют остаток растворителя, используя слабый поток инертного газа.

Примечание 1 — Удаление растворителя (концентрирование в ротационном вакуумном испарителе, испарение досуха) может привести к значительным потерям амина, если это проводится в неконтролируемых условиях.

Экстракт или остаток немедленно доводят до 2,0 см3 ацетонитрилом или *трет*-бутилметиловым эфиром (или метанолом только при использовании капиллярного электрофореза) и без промедления анализируют. Если полный анализ не может быть проведен в течение 24 часов, экстракт следует хранить при температуре ниже −18 °C.

Примечание 2 — Из-за матрицы отдельные амины, такие как 2,4-диаминотолуол и 2,4-диаминоанизол, вероятно, проявляют очень плохую стабильность, особенно в метаноле. Когда возникают задержки в процессе работы, амины могут быть уже не обнаружены к моменту инструментального измерения.

**10.5 Обнаружение и количественное определение аминов**

Обнаружение аминов может быть проведено с использованием хроматографических способов перечисленных (8.8). Другие подтверждающие методы могут быть использованы.

Если при ежедневной калибровке (7.9.2) обнаружено содержание какого-либо амина выше 5 мг/кг, количественное определение должно проводиться с использованием калибровочной кривой или многоточечного калибровочного графика (7.9.3), содержащего не менее трех точек.

10.5.1 Обнаружение анилина и 1,4-фенилендиамин (индикаторы 4‑аминоазобензол)

Азокрасители, которые способны образовывать 4-аминоазобензол, генерируют, при условии применения этого метода, анилин и 1,4-фенилендиамин (например: C.I. Disperse Yellow 23). Из-за пределов обнаружения и восстановления 1,4-фенилендиамина, только анилин может быть обнаружен. Если в испытуемых пробах обнаружено содержание анилина выше 5 мг/кг (9.6.2), то присутствие красителей, выделяющих 4-аминоазобензол, должно быть испытано по ISO 14362-3.

10.5.2 Относительно оборудования для количественной оценки/других источников ложноположительных результатов

Когда используется ГХ (GC), 10 мкл внутреннего стандартного раствора (7.9.4 и 7.9.5) на см3 экстракта (10.4) должно быть добавлено до проверки.

Если подтверждающий анализ на бензидин проводится с помощью ДМД (DAD) или ТСХ (TLC), использовать бензидин-d8 (7.9.5) невозможно, поскольку пик не может быть отделен от недейтерированного бензидина. Экстракт должен быть разделен на две части перед добавлением внутреннего стандартного раствора (7.9.4) к раствору для анализа методом ГХ-МС (GC-MS).

Если при ГХ-МС (GC-MS) анализе извлечение индикаторного вещества бензидин-d8 (7.9.5) ниже 30% от ожидаемого значения (из-за матричных эффектов или неизвестных причин), амины, возможно, не были обнаружены, то ВЭЖХ-анализ должен быть проведен для следующих аминов, элюирующих позже: 2, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16 и 17 (таблица 1). Если испытуемая проба содержит бензидин после восстановительного расщепления, целесообразно рассчитать содержание бензидина с использованием бензидин-d8 (7.9.5) в качестве внутреннего стандарта.

Когда используют капиллярный зональный электрофорез КЭ (CE), 200 мкл экстракта с заменой растворителя на метанол (10.4), немедленно смешивают (из-за нестабильности некоторых аминов в метаноле) с 50 мкл HCl (c = 0,01 моль/л) и пропускают через мембранный фильтр (0,2 мкм). Этот раствор анализируют с помощью капиллярного зонального электрофореза.

Если какой-либо амин обнаружен одним хроматографическим методом, то подтверждение должно быть выполнено с использованием одного или нескольких альтернативных методов. Результат положительный только если все выбранные методы дают положительный результат. Перед заключением должен быть рассмотрен случай ложных результатов.

Когда наблюдается расхождение между результатами, полученными с помощью различных хроматографических способов, эти различия в результатах могут быть вызваны различными причинами, (см. приложение C), такими как:

— ложноположительные результаты (например: из-за высокой температуры на входе или неполного разделения изомеров, как описано в таблице C.1), и

— ложноотрицательные результаты [например: замена растворителя (примечание 1 в 10.4) или используемый растворитель (примечание 2 в 10.4], или интерференция в матрице (см. ниже).

Ложноположительные результаты могут быть также из-за аминов, выделяющихся из других источников (например: полиуретан или кросс линкер). См. приложение C.

Если идентифицированные амины имеют изомеры, вариант должен сопровождаться корректной идентификацией.

**10.6 Процедура проверки**

10.6.1 Общие положения

Чтобы проверить процедуру, объем 100 мкл основного раствора аминов (7.9.1) (или объем, дающий 30 мкг каждого амина в реакционном сосуде) добавляют в реакционный сосуд (8.3), содержащий 15 см3 предварительно нагретого буферного раствора цитрата/ гидроксида натрия (7.5). Эту процедуру проверки необходимо проводить для каждой партии образцов.

Затем выполняется процедура указанная в 10.4 и 10.5. Определяют количественно этот контрольный стандарт на основе ежедневной калибровки (7.9.2).

10.6.2 Калибровка, использующая внутренний стандарт (количественное определение с помощью газового хроматографа)

$ρ\_{S}=ρ\_{C} ∙ \frac{A\_{S}·A\_{ISC}}{A\_{C}·A\_{ISS}} ∙ \frac{V\_{S}}{V}$ (1)

где

$ρ\_{S}$ — концентрация раствора амина в растворе испытуемой пробы, в мкг/см3;

$A\_{S}$ — площадь пика амина в растворе испытуемой пробы, в единицах площади;

$A\_{C}$ — площадь пика амина в калибровочном растворе, в единицах площади;

$A\_{ISS}$ — площадь пика внутреннего стандарта в растворе испытуемой пробы в единицах площади;

$A\_{ISC}$ — площадь пика внутреннего стандарта в калибровочном растворе в единицах площади;

$V$ — окончательный объем испытуемой пробы, подготовленной в соответствии с 10.4, в см3;

$V\_{S}$ — объем раствора амина, используемого для процедуры проверки, в см3;

$ρ\_{C}$ — концентрация амина в калибровочном растворе в мкг/см3.

10.6.3 Калибровка без внутреннего стандарта

$ρ\_{S}=ρ\_{C} ∙ \frac{A\_{S}}{A\_{C}} ∙ \frac{V\_{S}}{V}$ (2)

где

$ρ\_{S}$ — концентрация амина в растворе испытуемой пробы, в мкг/см3;

$A\_{S}$ — площадь пика амина в растворе испытуемой пробы, в единицах площади;

$A\_{C}$ — площадь пика амина в калибровочном растворе, в единицах площади;

$V$ — окончательный объем испытуемой пробы, подготовленной в соответствии с 10.4, в см3;

$V\_{S}$ — объем раствора амина, используемого для процедуры проверки, в см3;

$ρ\_{C}$ — концентрация амина в калибровочном растворе в мкг/см3.

10.6.4 Извлечение амина

Степень извлечения должна соответствовать следующим минимальным требованиям:

— амины № 1 до 4, 7, 9 до 17 и 20 до 21: 70 %

— амин № 8: 20 %

— амины № 18 и 19: 50 %

— амины № 5, 6 и 22: см. сноски к таблице 1

— анилин: 70 %

Примечание — В настоящее время не имеется достаточно данных, чтобы определить минимальные требования к аминам, не указанным выше (например: 1,4‑фенилендиамин).

Если выделение амина не соответствует минимальному требованию, то проверяют процедуру и повторяют испытание с новыми испытуемыми пробами.

**11 Оценка**

**11.1 Общие положения**

Как указано в 10.5, если обнаруживают содержание какого-либо амина, используя ежедневную калибровку (7.9.2), выше 5 мг/кг, количественное определение должно быть выполнено с использованием калибровочного многоточечного графика (7.9.3) с минимум тремя точками.

Если применяются как 10.1, так и 10.2, то получаются два разных результата и указывается наибольшее значение каждого амина.

Строят калибровочный график зависимости отклика от известной стандартной концентрации (скорректированной по отклику внутреннего стандарта, если используется). По калибровочному графику интерполируют концентрацию амина в мкг/см3 (*ρ*s).

**11.2 Расчет амина в образце**

Уровень содержания амина рассчитывают как массовую долю w в мг/кг испытуемой пробы в соответствии со следующей формулой:

$w= \frac{ρ\_{S} ∙ V}{m\_{E}}$ (3)

где

$ρ\_{S}$ — интерполированная концентрация амина, в мкг/см3;

$V$ — окончательный объем экстракта, подготовленного в соответствии
с 10.4, в см3;

$m\_{E}$ — масса испытуемой пробы текстильного материала, в г.

**11.3 Достоверность метода**

Для достоверности метода, см. приложение B.

**12 Протокол испытаний**

В протоколе испытания должна быть ссылка на этот официальный метод и изложены, по крайней мере, следующие сведения:

a) ссылка на настоящий стандарт;

b) вид, происхождение и обозначение испытуемой пробы (парциальная испытуемая проба, если применяется);

c) дата поступления и дата проведения анализа;

d) процедура отбора и подготовки испытуемых проб в соответствии с 10.1 и/или 10.2;

e) метод обнаружения и метод количественного определения;

f) предел обнаружения для одного амина в мг/кг;

g) результаты, представляемые как уровень содержания ариламина(ов) в мг/кг.

Примечание — Следует соблюдать осторожность при интерпретации количества аминов менее 30 мг/кг, поскольку это может привести к ложноположительным результатам. Для интерпретации результатов см. приложение C.

**Приложение А**

**(справочное)**

**Хроматографический анализ**

**А.1 Предварительное замечание**

Поскольку инструментальное оснащение лабораторий может быть разным (8.8), для хроматографических анализов невозможно представить общие инструкции. Успешно испытаны и использованы следующие параметры.

А.2 Тонкослойная хроматография ТСХ (TLC)

|  |  |
| --- | --- |
| Пластины ВЭТСХ (HPTLC): | силикагель 60 с флуоресцентным индикатором F254, 20 см × 10 см |
| Применяемый объем: | (2 - 5) мкл, наносится в виде капли |
| Подвижный растворитель 1: | хлороформ/уксусная кислота (90 + 10) частей на объем |
| Реактив 1: | Для NOx-образования, в пустую камеру помещают стакан с приблизительно 1 см3 серной кислоты и добавляют небольшое количество твердого нитрита натрия. Закрывают камеру крышкой и проводят реакцию. В камеру помещают сухую пластину. Через 5 мин ее вынимают и сушат в потоке холодного воздуха. |
| Реактив 2: | Затем опрыскивают пластину 0,2 % раствором α‑нафтола, приготовленным в KOH (c= 1 моль/л) в метаноле. |
| Обнаружение: | 1) Пластины ТСХ (TLC) с флуоресцентным индикатором F2542) Ультрафиолетовая лампа и/или после последовательной обработки реактивом 1 и реактивом 2; время реакции приблизительно 5 мин |
| Пластины ТСХ (TLC) | силикагель 60 с флуоресцентным индикатором F254, (20 × 10) см |
| Применяемый объем: | 10,0 мкл, наносится в виде линии; |
| Подвижный растворитель 2: | хлороформ /этилацетат/ уксусная кислота (60 + 30 + 10) частей на объем |
| Подвижный растворитель 3: | хлороформ/метанол (95 + 5) частей на объем |
| Подвижный растворитель 4: | н-бутилацетат/толуол (30 + 70) частей на объем |
| Проведение: | насыщенная камера |
| Подвижные растворители 2 и 3: | один за другим без просушивания пластин |
| Обнаружение: | 1) Пластины ТСХ (TLC) с флуоресцентным индикатором F2542) Ультрафиолетовая лампа и/или после последовательной обработки реактивом 1 и реактивом 2; время реакции приблизительно 5 мин |
| Пластины ТСХ (TLC): | силикагель 60, (20 × 20) см2 |
| Применяемый объем: | 10,0 мкл, наносится в виде линии |
| Подвижный растворитель 2: | хлороформ /этилацетат/ уксусная кислота (60 + 30 + 10) частей на объем |
| Подвижный растворитель 3: | хлороформ /метанол (95 + 5) частей на объем |
| Подвижные растворители 2 и 3: | последовательно без сушки пластин |
| Проведение: | насыщенная камера |

**А.3 Высокоэффективная жидкостная хроматография ВЭЖХ (HPLC)**

**А.3.1 Высокоэффективная жидкостная хроматография /фотометрический детектор с диодной матрицей ВЭЖХ/ДМД (HPLC/DAD)**

|  |  |
| --- | --- |
| Элюент 1: | метанол |
| Элюент 2: | Растворяют 0,68 г дигидрофосфата калия в 1000 см3 воды, затем добавляют 150 см3 метанола |
| Неподвижная фаза: | Zorbax Eclipse XDB C18 ®[[3]](#footnote-4)) (3,5 мкм); (150 × 4,6) мм |
| Скорость потока: | (0,6 - 2,0) см3/мин (градиент потока, см. ниже) |
| Температура колонки: | 32 °C |
| Вводимый объем: | 5 мкл |
| Обнаружение: | ДМД (DAD), спектрограф |
| Количественное определение: | при 240 нм, 280 нм, 305 нм и 380 нм |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Градиент: | Время (мин.): | Элюент 1 (%): | Скорость потока (ml): |
|  | 0,00 | 10,0 | 0,6 |
|  | 22,50 | 55,0 | 0,6 |
|  | 27,50 | 100,0 | 0,6 |
|  | 28,50 | 100,0 | 0,95 |
|  | 28,51 | 100,0 | 2,0 |
|  | 29,00 | 100,0 | 2,0 |
|  | 29,01 | 10,0 | 2,0 |
|  | 31,0 | 10,0 | 0,6 |
|  | 35,0 | 10,0 | 0,6 |

См. пример на рисунке A.1.

*1* - 1,4-фенилендиамин, *2* – анилин, *Х* - время в мин, *Y* - поглощение в единицах оптической плотности (mAU) при 240 нм, *а* - ароматические амины 1 - 21 (см. таблицу 1).

Рисунок A.1 – ВЭЖХ/ДМД (HPLC/DAD)-хроматограмма

**A.3.2 Высокоэффективная жидкостная хроматография /масс-селективный детектор ВЭЖХ/МС (HPLC/MS)**

|  |  |
| --- | --- |
| Элюент 1: | ацетонитрил |
| Элюент 2: | 5 ммоль ацетата аммония в 1 000 см3 воды, pH = 3,0 |
| Неподвижная фаза: | Zorbax Eclipse XDB C18® (3,5 мкм); (2,1 × 50) мм |
| Скорость потока: | 300 мкл/мин |
| Градиент: | начало 10 % элюента 1, увеличение до 20 % элюента 1 в течение 1,5 мин, линейное увеличение до 90 % элюента 1 в течение 6 мин |
| Температура колонки: | 40 °C |
| Вводимый объем: | 2,0 мкл |
| Обнаружение: | квадрупольный детектор и/или детектор с ионной ловушкой в режиме сканирования и/или масс-спектрометрическое детектирование дочерних ионов |
| Газ-спрей: | азот (в баллонах/генератор) |
| Ионизация: | электрораспыление, положительные, по API, фрагментор 120 В |

**A.4 Капиллярная газовая хроматография/масс-селективный детектор ГХ-МС (GC‑MS)**

|  |  |
| --- | --- |
| Капиллярная колонка: | DB-35MS (J & W)®, длина: 35 м, внутренний диаметр: 0,25 мм, толщина пленки: 0,25 мкм |
| Инжекторная система: | с делением или без деления |
| Температура ввода: | 260 °C |
| Транспортирующий газ: | гелий |
| Температурная программа: | 100 °C (2 мин), 100 °C - 310 °C (15 °C /мин), 310 °C (2 мин) |
| Вводимый объем: | 1,0 мкл, деление 1:15 |
| Обнаружение: | МСД (MS) |

**A.5 Капиллярный электрофорез КЭ (CE)**

|  |  |
| --- | --- |
| Капилляр 1: | 56 см, без покрытия, внутренний диаметр 50 мкм, с увеличенной толщиной светопоглощающего слоя (Agilent®[[4]](#footnote-5))) |
| Капилляр 2: | 56 см, покрытый поливиниловым спиртом (PVA), внутренний диаметр 50 мкм, с увеличенной толщиной светопоглощающего слоя (Agilent®) |
| Буферный раствор: | фосфатно-буферный раствор (c = 50 mmol/l), pH = 2,5 |
| Температура колонки: | 25 °C |
| Напряжение: | 30 кВ |
| Время ввода: | 4 с |
| Время продувки: | 5 с |
| Обнаружение: | ДМД (DAD) 214 нм, 254 нм, спектрограф |

**Приложение В**

**(справочное)**

**Достоверность метода**

Следующие данные были получены в ходе совместного исследования полиэфирным текстильным материалом.[[5]](#footnote-6))

Таблица B.1 – Результаты межлабораторного испытания А

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Аналитическая процедура | Волокно | Амин | ,мг/кг | *r,*мг/кг (%) | *s(r),*мг/кг | *R,*мг/кг (%) | *s(R),*мг/кг |
| Экстракция ксилола, ВЭЖХ/ДМД (HPLC/DAD) | полиэфир | п-хлоранилин | 28,6 | 7,6 (26,6) | 2,7 | 19,8 (69,2) | 7,0 |
| Экстракция ксилола, ГХ-МС (GC-MS) | полиэфир | п-хлоранилин | 30,1 | 8,7 (28,9) | 3,1 | 16,8 (55,8) | 5,9 |
| где *r* - повторяемость; *R* - воспроизводимость; - среднее значение; *S(r) -* стандартное отклонение повторяемости; *S(R) -* стандартное отклонение воспроизводимости.  |

Следующие данные были получены при круговых испытаниях текстильных материалов из шерсти, хлопка и вискозы, проведенных 11 лабораториями[[6]](#footnote-7)).

Таблица В.2 - Результаты межлабораторных испытаний

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Аналитические процедуры | Волокно | Амин | ,мг/кг | *r,*мг/кг (%) | *s(r),*мг/кг | *R,*мг/кг (%) | *s(R),*мг/кг |
| ВЭЖХ (HPLC) | Шерсть | 3,3’-диметилбензидин | 25,9 | 4,9 (18,9) | 1,7 | 12,7 (49,1) | 4,5 |
| ВЭЖХ (HPLC) | Хлопок | бензидин | 29,7 | 5,3 (17,8) | 1,9 | 11,5 (38,7) | 4,1 |
| ВЭЖХ (HPLC) | Вискоза | 3,3’-диметокси- бензидин | 22,5 | 2,9 (12,9) | 1,0 | 7,9 (35,1) | 2,8 |
| ВЭЖХ (HPLC) | Шерсть | 4,4’-диаминодифенилметан | 17,7 | 3,0 (16,9) | 1,1 | 7,5 (42,4) | 2,6 |
| ВЭЖХ (HPLC)  | Шерсть | o-толуидин | 22,6 | 4,4 (19,5) | 1,6 | 13,8 (61,1) | 4,9 |
| где*r* - повторяемость; *R* - воспроизводимость; - среднее значение; *S(r) -* стандартное отклонение повторяемости;*S(R) -* стандартное отклонение воспроизводимости. |

**Приложение С**

**(справочное)**

**Руководство по оценке — Интерпретация результатов анализа**

С.1 Общие положения

В настоящем приложении даются дополнительные технические рекомендации, но не ставятся под сомнение результаты, полученные в соответствии с процедурой, описанной в настоящем стандарте.

Поскольку присутствие аминов в очень малых количествах может привести к ложноположительным результатам, Регламент REACH 1907/2006/Приложение XVII определяет предельное значение в 30 мг/кг материала образца. Это значение применимо только к одной испытуемой пробе, но не к объединенным испытуемым пробам (9.6.2).

Если обнаруженное количество амина превышает 30 мг/кг, следует предположить, что азокраситель (см. таблицу 1) использовался. Ниже 30 мг/кг в настоящее время невозможно сделать достоверное заключение об использовании определенных азокрасителей (см. таблицу 1) без дополнительной информации, такой как тип и/или чистота используемых красителей или другого используемого сырья.

Назначают испытуемую пробу с уменьшенной массой в качестве второстепенного компонента и дают рекомендацию о большей неопределенности из-за меньшей однородности материала.

В связи с существованием изомеров для некоторых целевых аминов (см. таблицу C.1), лаборатория должна убедиться, что хроматографические и спектральные характеристики обнаруженных аналитов эквивалентны стандартным аминосодержащим веществам.

С.1.1 Определение 4-аминоазобензола

Азокрасители, которые могут образовывать 4-аминоазобензол в условиях данного метода, это анилин и 1,4-фенилендиамин (например, C.I. Disperse Yellow 23). Из-за пределов обнаружения и восстановления 1,4-фенилендиамина может быть обнаружен только анилин. Если анилина обнаружено выше 5 мг/кг в объединенной испытуемой пробе, состоящем из трех частей, то наличие красителей, выделяющих 4-аминоазобензол, следует проверить с помощью ISO 14362-3.

С.1.2 Ложноположительные результаты

В таблице C.1 показаны вещества, которые могут давать ложноположительные результаты (включая помехи изомеров).

Таблица C.1 – Список возможных причин ложно положительных результатов

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № | CAS номер | Список ароматических аминов | Основания и вещества для ложноположительных результатов испытаний | Замечания |
| Химическое название | Химическая структура | Химическое название/номер изомеров | Химическая структура |
| 1 | 92-67-1 | бифенил-4-иламин4-аминобифенилп-ксениламин |  | Растворитель желтый 7(SY7)=4-фенилазофенол=4-гидроксиазобен-зол |  | Обнаружение только аминобифенила является необычным. Такие результаты могут быть получены из красителей, которые образуют 4-аминобифенил во время процедуры путем молекулярной перестройки. Перечислены три красителя такого рода. |
| Acid Red1 (AR1) |  |
| Direct Black 168 |  |
| 2 | 92-87-5 | бензидин |  |  |  | Дальнейших действий не требуется. |
| 3 | 95-69-2 | 4-хлор-о-толуидин |  | всего 10 изомеров |  | Следят за разделением изомеров. |
| 4 | 91-59-8 | 2-нафтиламин |  | Reactive Red 174 |  | Возможна десульфонизация — низкая коммерческая значимость. |
| Красители на основе Tobias Acid |  | Следят за примесями 2-нафтиламина. |
| всего два изомера |  | Следят за разделением изомеров. |
| 5 | 97-56-3 | о-аминоазотолуол4-амино-2’,3-диметдиазобензол4-о-толилзо-о-толуидин |  |  |  | Обнаруживается как о-толуидин. См. № 18. |
| 6 | 99-55-8 | 5-нитро-о-толуидин2-амино-4-нитротолуол |  |  |  | Обнаруживается как 2,4- толуилендиамин. См. № 19. |
| 7 | 106-47-8 | 4-хлоранилин |  | всего три изомера |  | Следят за разделением изомеров. |

*Продолжение таблицы С.1*

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № | CAS номер | Список ароматических аминов | Основания и вещества для ложноположительных результатов испытаний | Замечания |
| Химическое название | Химическая структура | Химическое название/номер изомеров | Химическая структура |
| 8 | 615-05-4 | 4-метокси-м-фенилендиамин2,4-диаминоанизол |  | Pigment Red 23 |  | Два шага разложения:1) шаг к 2-метокси-5-нитроанилину,2) шаг к 4-метокси-м-фенилендиамин.Два азосоединенных красителя 2-метокси-5-нитроанилин перечислены в (см. C.2.1.1 и C.2.1.2.3). |
| Pigment Orange 3 |  |
| всего 6 изомеров |  | Следят за разделением изомеров. |
| 9 | 101-77-9 | 4,4’-метилендианилин4,4’-диаминодифенилметан |  | полиуретановые полимеры 4,4’-метиленди-фенилдиизоцианата (MDI) |  | Пены и фиксаторы печати, форполимеры,высокотемпературное расщепление подтверждают результат ГХ(GC) методикой ЖХ(LC). |
| N,N’-(метилен-ди-п-фенилен) бис ((азиридин-1-карбоксиамид) |  | Связующее вспомогательное средство для печати |
| 10 | 91-94-1 | 3,3’-дихлорбензилдин3,3’-дихлорбифенилнил-4,4’-илендиамин |  |  |  | Дальнейших действий не требуется Информативно: комбинации пигмента Черного 7 с Пигментом Оранжевого 13 или Пигментом Оранжевого 34 высвобождают соответствующий амин. |
| 11 | 119-90-4 | 3,3’-диметокси-бензидино-дианизидин |  |  |  | Дальнейших действий не требуется. |
| 12 | 119-93-7 | 3,3’-диметилбензидин4,4’-би-о-толуйодин |  | CI Azoic Coupling Component 5 |  | Высокотемпературное расщепление амидов, результат КГХ подтверждают методом ТСХ. |
| красители на основе CI Azoic Coupling Component 5 |  | Красители на основе CI Азойная связь Компонент 5,Высокотемпературное расщепление амидов, подтверждает результат ГХ (GC) с помощьюТехнология ЖХ (LC). |

*Продолжение таблицы С.1*

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № | CAS номер | Список ароматических аминов | Основания и вещества для ложноположительных результатов испытаний | Замечания |
| Химическое название | Химическая структура | Химическое название/номер изомеров | Химическая структура |
| 13 | 838-88-0 | 4,4’-метилен-ди-о-толуйодин |  |  |  | Дальнейших действий не требуется. (обращают внимание, что возможно соединение с аналогичными МС-спектрами, но разным временем удерживания). |
| 14 | 120-71-8 | 6-метокси-м-толуидинп-кресидин |  | Всего 10 изомеров |  | Следят за разделением изомеров. |
| 15 | 101-14-4 | 4,4’-метиленбис-(2-хлоранилин)2,2’-дихлор-4,4’-метилендианилин |  | 4,4’-метилен бис-(2-хлоранинлин)2,2’-ди-хлор-4,4’-метилендианилин |  | Сам амин является отвердителем для ТДИ-полиуретанов, полиуретановых смол и эпоксидных смол. |
| 16 | 101-80-4 | 4,4’-оксидианилин |  | 4,4’-оксидианилин |  | Сам амин является отвердителем эпоксидных смол и термореактивных смол, использующих вязкие предполимерные композиции, которые необратимо превращаются в неплавкую полимерную сеть при отверждении, вызванном теплом или радиацией. |
| 17 | 139-65-1 | 4,4’-тиодианилин |  |  |  | Дальнейших действий не требуется. |
| 18 | 95-53-4 | о-толуидин2-аминотолуол |  | Pigment Red 12 |  | Высокотемпературное расщепление в КГХ-инжекторе. Дополнительно перечислены два красителя этого вида. Подтверждают результат КГХ методом ТСХ. |
| Pigment Red 112 |  |  |
| Всего три изомера  |  | Следят за разделением изомеров.Трудное КГХ-разделение, другая полярность или медленная скорость увеличения температуры, или разделение с помощью метода ТСХ. |

*Окончание таблицы С.1*

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № | CAS номер | Список ароматических аминов | Основания и вещества для ложноположительных результатов испытаний | Замечания |
| Химическое название | Химическая структура | Химическое название/номер изомеров | Химическая структура |
| 19 | 95-80-7 | 4-метил-м-фенилендиамин2,4-толуилендиамин2,4-диаминотолуол |  | полиуретановые полимеры 2,4-толуилендиизоцианата (TDI) |  | Пены и фиксаторы печати, предполимеры. |
| Всего шесть изомеров |  | Следят за разделением изомеров. |
| 20 | 137-17-7 | 2,4,5-триметиланилин |  | Всего шесть изомеров |  | Следят за разделением изомеров. |
| 21 | 90-04-0 | о-анизидин2-метоксианилин |  |  |  | Высокотемпературное расщепление в КГХ-инжекторе. Результат КГХ подтверждают методом ТСХ |
| Всего три изомера |  | Следят за разделением изомеров. |
| 22 | 60-53-3 | 4-аминоазобензол |  |  |  | 4-аминоазобен-зол — это азокраситель, который называют” Сольвентный желтый 1.”Подробнее вISO 14362-3. |
| Другие соответствующие амины |
|  | 62-53-3 | анилин |  |  |  | Подробнее в ISO 14362-3 |
|  | 106-50-3 | 1,4-фенилендиамин |  | Всего три изомера |  | Следят за разделением изомеров. |

В этом контексте рекомендуется представить результаты анализа следующим образом:

**C.1.3 В случае если уровни содержания одного аминного компонента ≤30 мг/кг**

Согласно выполненному анализу, азокрасители, которые могут выделять один или более из некоторых перечисленных аминов (см. таблицу 1) путем расщепления азогрупп(ы), не обнаруживаются в представленном изделии.

**C.1.4 В случае если уровни содержания одного аминного компонента >30 мг/кг**

1) Обнаружение компонента(ов) аминов на уровнях содержания > 30 мг/кг;

2) Результат анализа предполагает, что представленное изделие было изготовлено или обработано с применением азокрасителя (ей), которые могут выделять один или более из конкретных перечисленных аминов (см. таблицу 1) путем расщепления своих азогрупп.

3) Возможны ложноположительные результаты, и таблице C.1 содержит список возможных причин. При подозрении на ложноположительные результаты руководство по процедурам и пояснения описаны в C.2.

**C.2 Руководство по процедуре и пояснения, если возможны ложно-положительные результаты**

**C.2.1 Ложноположительные результаты из-за проблем с хроматографией**

**C.2.1.1 Ложноположительные результаты от изомеров**

Анализ 24 аминов и множества возможных изомеров является сложной задачей (таблица C.1). Многие амины содержат изомеры, которые могут давать ложноположительные результаты, если метод разделения не оптимизирован. Необходимо учитывать разделение целевого амина на его изомеры. Амины с более чем одной системой ароматических колец также могут иметь изомеры, но это происходит реже, и разделение обычно происходит легче. Лаборатории обязаны обеспечить правильный результат.

**C.2.1.2 Ложноположительные результаты из других источников, кроме азокрасителей**

**C.2.1.2.1 Ложноположительные результаты из-за высокой температуры в ГХ (GC)-инжекторе**

Амины 12, 18 и 21 иногда дают ложноположительные результаты при ГХ (GC) из-за высокотемпературного расщепления амидных связей красителей и амины 9 и 19 из-за высокотемпературного растрескивания полиуретановых форполимеров. Необходимо количественное подтверждение результатов с помощью метода, не связанного с ГХ (GC).

**C.2.1.2.2 Ложноположительные результаты, полученные в результате химической процедуры**

Амины 9, 15, 16 и 19 иногда дают ложноположительные результаты из других источников, таких как полиуретан, кросс линкер и другие вещества.

Простая процедура различения между азосоединениями или неазосоединениями заключается в повторении процедуры с водой вместо раствора дитионита натрия. Если результат сравним с тем, который получается при восстановительном расщеплении, то амин получен из другого источника, а не из азокрасителей.

При необходимости, в качестве примера, может быть приведено следующее объяснение:

«амин» *(название амина)*» был обнаружен на уровне содержания (результат в мг/кг) в соответствии с процедурой, описанной в ISO 14362-1:2017. Однако, когда процедуру проводили без восстановителя, был получен аналогичный результат. Следовательно, амин поступает из источника, отличного от азокрасителей. Не использовались запрещенные азокрасители, выделяющие амины (таблица 1).

**C.2.1.2.3 Ложноположительные результаты от красителей**

Амины 1, 4 и 8 могут быть косвенно образованы во время процедуры (восстановительное расщепление дитионитом) из некоторых красителей, которые не содержат азосвязанных этих аминов. Нельзя найти четкие различия между этими красителями и запрещенными азокрасителями, которые выделяют амины (таблица 1).

Отсутствие запрещенных азокрасителей в испытуемой пробе должно быть подтверждено доказательствами (например, записи о прослеживаемости от красильщика или производителя красителей), основанные на информации о структуре красителей, для квалификации соответствующих результатов как ложноположительных.

При необходимости, в качестве примера, может быть приведено следующее объяснение.

Другие источники обнаруженного амина «(название амина)» могут способствовать получению заявленных результатов, происхождение которых не может быть доказано аналитически в лабораторных условиях.

4-аминобифенил, 2-нафтиламин, 4-метокси-м-фенилендиамин: отсутствие запрещенных азокрасителей, выделяющих амины (таблица 1) не может быть достоверно установлено без дополнительной информации, например, о химической структуре используемых красителей.

Примечание — 4-аминобифенил, 2-нафтиламин: испытуемая проба продукта может быть окрашена красителями, структура которых содержит амины, но не являются азосоединением.

4-метокси-м-фенилендиамин: испытуемая проба продукта может быть окрашена с азокрасителем, структура которого содержит не предварительно полученный 4-метокси-м-фенилендиамин, а 2-амино-4-нитроанизол; в ходе аналитической процедуры азокраситель приводит к выделению 2-амино-4-нитроанизола, который, в свою очередь, является образующий 4-метокси-м-фенилендиамин.

**Приложение D**

**(справочное)**

**Пояснительная таблица по красителям, используемым в различных текстильных материалах**

Таблица D.1 — Красители, используемые в различных текстильных материалах

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Категории красителей | Красители | Пигмент |
| Ос-нов-ные | Кис-лот-ные | Хромо-вые | Метал-локомп-лексные | Прямые | Диспер-сные | Азои-дные | Сер-ныеa | Кубо-выеa | Реак-цион-ные |
| Натуральные волокна |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Живот-ные воло-кна | Шерсть  |  | xx | xx | xx | (x) |  |  |  |  | x | x |
| Шелк  | (x) | xx | x | x | (x) |  |  | (x) | (x) | x | x |
| На осно-ве цел-люлозы  | Хлопок  |  |  |  |  | xx |  | xx | xx | xx | xx | x |
| Пенька |
| Лен |
| Капок |
| Сизаль |
| Рами |
| Джут |
| Химические волокна |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Полиэфир |  |  |  |  |  | хх |  |  |  |  | х |
| Полиамид |  | хх | х | хх | (х) | х |  | х | х | х | х |
| Триацетат |  |  |  |  |  | хх |  |  |  |  | х |
| Ацетат (2,5) вторичный ацетат |  |  |  |  | хх | х | (х) | (х) | (х) | хх | x |
| Акрил  | xx |  |  |  |  | (x) |  |  |  |  | x |
| Вискоза  |  |  |  |  | xx |  | xx | x | xx | xx | x |
| Хлороволокна |  |  |  |  |  | x |  |  |  |  | x |
| a не азокрасителиx означает, что используется данная категория красителя(x) означает, что данная категория красителя используется в исключительных случаях xx означает, что обычно используется данная категория красителя |

Для экстракции красителя применимы только дисперсные красители (10.1). Образцы можно подвергнуть скринингу, чтобы определить наличие дисперсных красителей путем экстрагирования волокон кипящим ксилолом в течение 20 мин. Если растворитель окрасится, это будет означать, что, возможно, были использованы дисперсные красители; некоторые частично растворимые пигменты также окрашивают растворитель.

**Приложение Е**

**(справочное)**

**Процедура экстракции жидкость-жидкость без диатомовой земли**

**E.1 Предварительное замечание**

Настоящая процедура описывает метод проверки для аминов, перечисленных в таблице 1 с использованием экстракции жидкость-жидкость без колонки с диатомовой землей (8.5). Любое обнаружение перечисленного амина в количествах больших 5 мг/кг и меньше 100 мг/кг должно анализироваться повторно методом, описанным в настоящем стандарте с использованием экстракции жидкость-жидкость с колонками с диатомовой землей. Процедура описывается полностью, включая части подготовки образца, которая описана выше в настоящем стандарте, чтобы исключить поиск перекрестных ссылок.

Может быть использован метод проверки, аналогичный тому, который описан здесь, если он дает результаты, сопоставимые с методом, описанным в настоящем приложении.

См. раздел 9 для применения инструкций подготовки испытуемой пробы.

**E.2 Используемые дополнительные реактивы**

E.2.1 Калибровочный раствор аминов для ежедневного использования

Разбавляют основной раствор (7.9.1) до концентрации ρ = 6,0 мкг каждого амина на миллилитр подходящего растворителя. Для ГХ-МС (GC-MS) анализа разбавляют раствором внутреннего стандарта (E.2.2.2).

E.2.2 Калибровочные растворы аминов для проведения количественного определения в диапазоне концентраций от 0,8 до 20 мкг каждого амина на миллилитр подходящего растворителя.

Для ГХ-МС (GC-MS) анализа разбавляют раствором внутреннего стандарта (E.2.2.2).

Примечание — Выбор подходящих концентраций для калибровки является ответственностью каждой лаборатории.

E.2.2.1 Внутренние стандарты в растворе (IS), ρ = 10 мкг IS/см3 *трет*-бутилметилового эфира (6.4).

В случае ГХ-МС (GC-MS) анализа используют один из следующих внутренних стандартов:

- IS1: бензидин-d8, CAS No.: 1146-65-2;

- IS2: 2,4,5-трихлоранилин, CAS No.: 636-30-6;

- IS3: антрацен-d10, CAS No.: 1719-06-8.

E.2.2.2 Внутренний стандарт для позднего вымывания аминов: бензидин-d8, CAS No.: 92890-63-6.

*ρ = 5 мкг* бензидина-d8/см3 в растворе E.2.2.1.

бензидин-d8 (CAS 92890-63-6) подходящий индикатор для искажений в поздней части ГХ (GC) хроматограммы.

Примечание — Если подтверждающий анализ проводят с использованием ДМД (DAD)или

ТСХ (TLC), использование IS 1: бензидин-d8, CAS No.: 92890-63-6 нецелесообразно, поскольку пик не может отделен от недейтерированного бензидина.

E.2.3 Водный раствор гидроокиси натрия 40 % по массе.

E.2.4 Хлорид натрия.

**E.3 Используемая дополнительная аппаратура**

E.3.1 Горизонтальный шейкер, позволяющий встряхивать с частотой 5 с-1, и амплитудой 2-5 см.

E.3.2 Центрифуга, более 3 000 об/мин.

**E.4 Процедура**

**E.4.1 Подготовка образца**

Испытуемую пробу (9.1) готовят путем разрезания, чтобы получить общую массу 0,6 г.

**E.4.2 Экстракция красителя для дисперсных красителей ксилолом**

Текстильную испытуемую пробу, окрашенную дисперсными красителями, выдерживают в экстракторе в соответствии с 8.1 над 25 см3 кипящего ксилола ориентировочно 40 мин или пока капли растворителя на образце не станут бесцветными. Экстракту ксилола дают возможность остыть до комнатной температуры. Если экстракт бесцветный, нет необходимости продолжать процедуру. Концентрируют экстракт ксилола в испарительной аппаратуре при температуре от 45°C до 75°C до небольшого остаточного количества. Этот остаток количественно переносят в реакционный сосуд с порциями метанола, используя ультразвуковую ванну для диспергирования красителя (конечный объем уменьшается примерно до 1 см3), и приступают к восстановительному расщеплению (E.4.4).

Если текстильная испытуемая проба не полностью обесцвечивается после извлечения, дополнительно должна быть испытана вторая испытуемая проба в соответствии с E.4.3.

**E.4.3 Текстильные материалы и изделия окрашенные красителями, отличными от дисперсных красителей**

Если текстильная испытуемая проба содержит волокна, относящиеся к случаям А и/или В (9.4), или не полностью обесцвечена, как описано в E.4.2, выбранная испытуемая проба должна быть нарезана и подготовлена в соответствии с E.4.1 и 9.1 и помещают ее непосредственно в новый реакционный сосуд.

**E.4.4 Восстановительное расщепление**

В реакционный сосуд добавляют 8 см3 цитратного буферного раствора (7.5) предварительно нагретого до 70 ºС. Реакционный сосуд плотно закупоривают и выдерживают в течение (30 ± 1) мин при (70 ± 2) °C.

Затем в реакционный сосуд добавляют 2,0 см3 водного раствора дитионита натрия (7.6) для восстановительного расщепления азогрупп, который энергично встряхивают и сразу же оставляют в течение (30 ± 1) мин при температуре (70 ± 2) ºС, после чего в течение 2 мин охлаждают до комнатной температуры (от 20 ºС до 25 ºС).

**E.4.5 Отделение и концентрирование аминов**

К реакционному раствору добавляют 0,5 см3 водного раствора гидроокиси натрия (E.2.3), 7 г хлорида натрия (E.2.4), и 3 см3 внутреннего стандартного раствора (E.2.2.1) к реакционному раствору и встряхивают в течение (15 ± 1) мин горизонтальным шейкером (E.3.1). Для полного разделения фаз после встряхивания рекомендуется центрифугировать смесь (E.3.2).

Если возможно, используют верхнюю фазу для определения аминов без этапа концентрирования.

Для обнаружения и количественного определения амина (см. E.4.6), экстракт *трет*-бутилметилового эфира может быть сконцентрирован до приблизительно 1 см3 (не досуха) при температуре не более 50 ºС. Если необходимо заменить на другой растворитель, очень осторожно удаляют остаток растворителя, используя слабый поток инертного газа. (см. 10.4).

Примечание 1 — Удаление растворителя (концентрация в ротационном вакуумном испарителе, выпаривание досуха) может привести к существенным потерям амина, если оно проводится в неконтролируемых условиях.

К экстракту или остатку сразу же добавляют подходящий растворитель, например, ацетонитрил или трет-бутилметиловый эфир и без промедления проводят анализ. Если полный анализ невозможно провести в течение 24 ч, испытуемую пробу следует хранить при температуре ниже минус 18 ºС.

Примечание 2 — Из-за матрицы отдельные амины, такие как 2,4-диаминотолуол и 2,4-диаминоанизол могут проявить очень низкую стабильность, особенно в метаноле. Если произойдет задержка при выполнении работы, амины могут быть не обнаружены к моменту проведения инструментального измерения.

**E.4.6 Обнаружение и количественное определение амина**

Обнаружение амина может быть проведено с использованием перечисленных хроматографических способов (8.8). Если какой-либо из ариламинов, указанный в таблице 1, идентифицируется в концентрациях от 5 до 100 мг/кг, необходимо повторно проанализировать образец, используя метод, описанный в разделе 10, затем должна быть построена калибровочная кривая по трем (не менее) точкам, чтобы количественно определить содержание амина. Количественное определение проводят с использованием методов ВЭЖХ/ДМД (HPLC/DAD) или ГХ-МС (GC-MC). Если, в ГХ-МС (GC-MS) анализе, извлечение индикаторного вещества бензидин-d8 (7.9.5) ниже 30 % от ожидаемого значения (из-за эффектов матрицы или неизвестных причин), амины, возможно, не были обнаружены, тогда следует провести ВЭЖХ (HPLC)-анализ для следующих аминов, выделяющихся позже: 2, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16 и 17 (таблица 1).

**E.4.7 Процедура проверки**

Чтобы проверить процедуру, 60 мкл стокового раствора амина (7.9.1) (или объем, дающий 18 мкг каждого амина в реакционном сосуде) и 2,0 см3 воды, вместо водного раствора дитионита натрия (7.6), добавляют в реакционный сосуд (8.3) содержащий 8 см3 буферного раствора цитрата/гидроокиси натрия (7.5).

Затем осуществляют процедуру, установленную в E.4.5 и E.4.6.

Если раствор испытуемой пробы неконцентрирован, то восстановление различных аминов находится в постоянном физическом равновесии; в этом случае процедура проверки будет частью подтверждения метода, используемого каждой лабораторией.

Если амины необходимо концентрировать, процедуру проверки следует проводить для каждой партии образцов. Количественно это является проверочным стандартом, основанным на ежедневной калибровке (E.2.1).

Степень извлечения должна соответствовать следующим минимальным требованиям:

|  |  |
| --- | --- |
| амины № 1 - 4, 7, 9 - 17 и 20 - 21: | 70 % |
| амин № 8: | 20 % |
| амины № 18 и 19: | 50 % |
| амины № 5,6 и 22: | см. сноски к таблице 1 |
| анилин: | 70 % |

**Приложение F**

**(обязательное)**

**Красители. Методы определения некоторых ароматических аминов**

**F.1 Общие положения**

Настоящее приложение описывает процедуру обнаружения некоторых ароматических аминов непосредственно из красителей.

Примечание — Красители, выделяющие более 200 мг/кг амина, могут привести к повреждению окрашенных текстильных материалов

**F.2 Сущность метода**

Сущность метода та же самая, что описана в разделе 5, за исключением того, что пропущен этап экстракции (10.1 или 10.2) поскольку испытуемой пробой является краситель. Восстановительное расщепление (10.3), отделение и концентрация аминов (10.4), обнаружение и количественное определение амина (10.5) и процедура проверки (10.6) остаются теми же самыми, расчет также проводится аналогично (раздел 11). Если требуется проанализировать сам краситель, то метод, описанный в приложении F, должен быть использован.

**F.3 Подготовка испытуемой пробы**

**F.3.1 Общие положения**

Испытуемой пробой является краситель, в том виде, в каком он поставляется изготовителем.

**F.3.2 Количество испытуемых проб**

Подготавливают испытуемую пробу из красителя таким образом, чтобы получить массу 200 мг.

**F.4 Процедура**

Испытуемую пробу помещают в реакционный сосуд, добавляют 2,0 см3 метанола и проводят процедуру как описано в разделе 10, но начинают с выполнения инструкций, приведенных в 10.3.

**F.5 Расчет**

Уровень содержания амина рассчитывают как массовую долю w в мг/кг испытуемой пробы, в соответствии с формулой (3), где *m*E является массой испытуемой пробы красителя, в граммах.

**F.6 Протокол испытаний**

Результаты испытаний приводят в соответствии с разделом 12.

**Приложение G**

**(справочное)**

**Пигменты**

**G.1 Окрашивание пигментом**

**G.1.1 Массовое окрашивание**

Массовое окрашивание — это пигментное окрашивание синтетических полимеров в процессе экструзии перед формированием волокна. Типичными волокнами являются полиамид, акрил, полиэфиры и полиолефины.

Невозможно визуально отличить такой полимер, окрашенный пигментом, от полимера, окрашенного дисперсно. Хорошим признаком является то, что окрашенный пигментом полимер все еще окрашен после экстракции ксилолом.

**G.1.2 Окрашивание волокон**

Окрашивание волокон применимо ко всем волокнам (включая стекловолокно). Это одноступенчатый процесс без последующей обработки, что делает его дешевым и универсальным. Пигменты закрепляются с помощью клея или связующего вещества. Имея опыт, можно отличить эти волокна от дисперсно окрашенных волокон с помощью микроскопии. После этого полимер с массовым окрашиванием (G.1.1) можно оттенить с помощью окрашивания волокон

Рисунок G.1 — Окрашивание волокна

**G.1.3 Пигментная печать**

Пигменты обычно используются для производства печатных текстильных материалов. Нанесение производится с помощью пигментных связующих, смягчителей, модификаторов текучести, пеногасителей и загустителей. Они часто используются для получения блестящих, металлических и подобных эффектов. В зависимости от качества связующего вещества, ощущение жесткости печати является хорошим показателем того, что использовались пигменты, а также низкая устойчивость окраски к трению.

Рисунок G.2 — Пигментная печать

**G.2 Критерии для печатных материалов**

**G.2.1 Критерий для пигментной печати**

- Печать фиксируется связующим, которое остается на волокне.

- Мелкие частицы прикрепляются к волокну.

- Фактура более жесткая чем у непечатного участка волокна.

- При растяжении эластичного текстильного материала видны белые или яркие полосы.

- Если у вас есть смеси разных волокон, то самая дешевая процедура печати — это пигментная печать.

- Стойкость к истиранию у пигментной печати хуже, чем у печати красителями.

- Белые и более яркие цвета, чем основной материал, возможны только при нанесении пигментной печати.

**G.2.2 Критерии для печати красителями**

- Краситель не фиксируется связующим веществом.

- Краситель проникает в волокно.

- На эластичном текстильном материале при растяжении обычно не видно белых или ярких полос.

- Если вы хотите нанести печать на смесь разных волокон, это сложно, потому что разные волокна имеют разную глубину цвета.

- Стойкость к истиранию намного выше у печати с красителями, чем у печати с пигментом.

**G.3 Индикация для пигментов**

- Для чистого полиэфира текстильный материал остается окрашенным после экстракции ксилолом.

- После экстракции ксилолом и замены растворителя на метанол остается нерастворимый окрашенный остаток.

- Критерии для печати пигментами (G.2.1).

**Приложение ДА**

**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам**

Таблица ДА.1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
| ISO 3696 | IDT | ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля» |
| П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT – идентичный стандарт. |

Библиография

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | ISO 14362-3:2017 | Textiles — Methods for determination of certain aromatic amines derived from azo colorants — Part 3: Detection of the use of certain azo colorants which may release 4-aminoazobenzene (Материалы текстильные – Методы определения некоторых ароматических аминов, выделяемых из азокрасителей — Часть 3: Обнаружение использования некоторых азокрасителей, которые могут выделять 4‑аминоазобензол)  |
|  | Regulation (EC) No 1907/2006 of the European Parliament and of the Council of 18 December 2006 concerning the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH), establishing a European Chemicals Agency |
|  | Schneider, G.: Verwendungsverbot bestimmter Azofarbstoffe für Bedarfsgegenstände: Analytik und Bewertung von Analysenergebnissen Application Ban of Certain Azo colorants for commodities: Analysis and Interpretation of Analytical Results, Deutsche Lebensmittel-Rundschau, 93 (3), 69-102 (1997) |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| УДК 677.014.252:006.354  | МКС 59.060.01 | IDT |
| Ключевые слова: Текстильные материалы и изделия, ароматические амины, азокрасители, экстракция, волокно, трет-бутилметиловый эфир |

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Акционерное общество «Инновационный научно-производственный центр текстильной и легкой промышленности» (АО «ИНПЦ ТЛП») |  |  |
| Руководитель разработки: |  |  |
| Руководитель Отраслевого испытательного центра |  | Д.В. Гузов |
|  |  |  |
| Исполнители: |  |  |
| Заместитель начальника отдела стандартизации |  | Н.В. Бадьина |

1. ) c – концентрация цитрата [↑](#footnote-ref-2)
2. ) ρ – массовая концентрация [↑](#footnote-ref-3)
3. ) Zorbax Eclipse XDB C18® пример подходящего продукта, доступного в продаже. Эта информация приведена для удобства пользования настоящим стандартом и не является одобрением настоящего стандарта ISO [↑](#footnote-ref-4)
4. ) Agilent® пример подходящего продукта, доступного в продаже. Эта информация приведена для удобства пользования настоящим стандартом и не является одобрением настоящего стандарта ISO [↑](#footnote-ref-5)
5. ) Официальный сборник процедур расследования в соответствии с § 35 LMBG B 82.02-4, январь 1998 г.: доказательства использования определенных азокрасителей из полиэфирных волокон [↑](#footnote-ref-6)
6. ) Официальный сборник процедур расследования в соответствии с § 35 LMBG B 82.02-2, январь 1998/ § 64 LFGB BVL B 82.02-2 , июнь 2004: доказательства использования определенных азокрасителей в текстильных изделиях первой необходимости. [↑](#footnote-ref-7)