



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
56573—  
2015/ISO/TS  
16179:2012

## ОБУВЬ

**Критические вещества,  
потенциально присутствующие в обуви и ее деталях  
Метод определения содержания оловоорганических  
соединений в обувных материалах**

(ISO/TS 16179:2012,  
Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear  
components — Determination of organotin compounds in footwear materials,  
IDT)

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 англоязычной версии международного документа, 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 22 сентября 2015 г. № 1358-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TS 16179:2012 «Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Определение содержания оловоорганических соединений в обувных материалах» (ISO/TS 16179:2012 «Footwear — Critical substances potentially present in footwear and footwear components — Determination of organotin compounds in footwear materials»).

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, 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](http://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

## ОБУВЬ

Критические вещества,  
потенциально присутствующие в обуви и ее деталях  
Метод определения содержания оловоорганических  
соединений в обувных материалах

Footwear. Critical substances potentially present in footwear and footwear components.  
Method for determination of organotin compounds in footwear materials

Дата введения — 2016—09—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытаний для определения наличия оловоорганических соединений. Данный метод применим ко всем видам обувных материалов.

Примечание — ISO/TP 16178 определяет, какие материалы могут быть объектами этих испытаний.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

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

## 3 Принцип

Оловоорганические соединения экстрагируют из обувного материала смесью «метанол-этанол» в умеренно кислой среде, используя трополон как комплексообразующий агент.

Ионные и высококипящие оловоорганические соединения затем преобразуют в соответствующие летучие тетраалкильные производные путем реакции с тетраэтилборатом натрия  $\text{NaB}(\text{Et})_4$ . На конечной стадии детектируют методом газовой хроматографии с масс-селективным детектором (ГХ/МС).

Таблица 1 показывает перечень соединений, которые могут быть проанализированы с помощью настоящего стандарта.

Таблица 1 – Перечень соединений, которые могут быть проанализированы с помощью настоящего стандарта

| Тип соединения  | Соединение                               | CAS*      |
|-----------------|------------------------------------------|-----------|
| Монозамещенное  | н-бутилолово трихлорид                   | 1118-46-3 |
|                 | н-октилолово трихлорид                   | 3091-25-6 |
| Дизамещенное    | Ди-н-бутилолово дихлорид                 | 683-18-1  |
|                 | Ди-н-октилолово дихлорид                 | 3542-36-7 |
| Тризамещенное   | Три-н-бутилолово хлорид                  | 1461-22-9 |
|                 | Трифенилолово хлорид (или фентин хлорид) | 639-58-7  |
|                 | Трициклогексилолово хлорид               | 3091-32-5 |
| Тетразамещенное | Тетра-н-бутилолово                       | 1461-25-2 |

\* Международный CAS-номер присваивают химическим веществам американской организацией Chemical Abstract Services. Этот уникальный номер не несет информации ни о чистоте вещества, ни о производителе.



## 4 Реактивы

Если не установлено другое, используют только реактивы признанной аналитической чистоты.

- 4.1 Вода, степень чистоты 3 в соответствии с ИСО 3696.
- 4.2 Этанол класса GPR или промышленный этиловый спирт, денатурированный метиловым (используемым в промышленности), номер CAS: 64-17-5.
- 4.3 Ледяная уксусная кислота, номер CAS: 64-19-7.
- 4.4 Тетразилборат натрия, номер CAS: 15523-24-7.
- 4.5 Тетрагидрофуран (ТГФ) стабилизированный, номер CAS: 109-99-9.
- 4.6 *n*-гептилолово трихлорид, номер CAS: 59344-47-7 (внутренний стандарт).
- 4.7 Ди-*n*-гептилолово дихлорид, номер CAS: 74340-12-8 (внутренний стандарт).
- 4.8 Три-*n*-пропилолово моноклорид, номер CAS: 2279-76-7 (внутренний стандарт).
- 4.9 Тетра-*n*-пропилолово, номер CAS: 2176-98-9 (внутренний стандарт).
- 4.10 Изеооктан, номер CAS: 540-84-1.
- 4.11 Инертный газ, например азот, гелий или аргон.
- 4.12 Трополон (2-гидрокси-2,4,циклогептатриен-1-он) лабораторного класса, номер CAS: 533-75-5.
- 4.13 Метанол аналитического класса, номер CAS: 67-56-1.
- 4.14 Уксуснокислый натрий, номер CAS: 127-09-3.
- 4.15 Оловоорганические соединения, перечисленные в таблице 1.

## 5 Аппаратура и материалы

- 5.1 Газовый хроматограф (ГХ), снабженный масс-селективным детектором (МС).
- 5.2 Аналитические весы, позволяющие измерять массу с точностью до 0,1 мг.
- 5.3 Перчаточный бокс или изолирующая камера со встроенными перчатками, дающий возможность проводить работы в полностью изолированной и контролируемой среде, который имеет боковой и фронтальный отверстия и средства их герметизации, такие как лента.
- 5.4 Измерительные трубки из пропилена объемом 50 мл с завинчивающейся крышкой.
- 5.5 Микропипетки от 10 до 500 мкл, с одноразовыми наконечниками.
- 5.6 Пипетка вместимостью от 1 до 500 мл.
- 5.7 Калиброванный pH-метр со стеклянным комбинированным электродом и диапазоном измерений от 0 до 14.
- 5.8 Мерные колбы объемом 10, 25 и 100 мл.
- 5.9 Ультразвуковая баня с регулируемой температурой.
- 5.10 Одноразовые стеклянные пипетки Пастера.
- 5.11 Стеклянный лабораторный стакан.
- 5.12 Центрифуга.
- 5.13 Механический встряхиватель, настраиваемый на минимальную частоту 50 мин<sup>-1</sup>.

## 6 Приготовление образца для испытаний

Испытуемый образец состоит из однородного материала, взятого из обуви, например кожи, текстильного материала, полимера, материала с покрытием или др. Приготовление образца включает отбор отдельных материалов из обуви и дальнейшую их обработку, в результате которой он должен представлять собой частицы размером не более 4 мм.

## 7 Процедура

**МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ** — Раствор тетразилбората должен быть приготовлен в инертной атмосфере, поскольку этот материал чувствителен к воздуху и может самопроизвольно воспламениться в его присутствии. Данный раствор необходимо готовить в пустом вытяжном шкафу, используя метод, минимизирующий риск возгорания. Оловоорганические соединения являются токсичными и, как известно, отрицательно воздействуют на эндокринную систему, поэтому с ними следует обращаться с особой осторожностью.

**Примечание** — Все химические реактивы, хранящиеся при температуре ниже комнатной, должны быть доведены до комнатной температуры перед тем, как отбирать аликвоты.

### 7.1 Приготовление раствора тетразилбората натрия

- 7.1.1 Подготовку следует проводить в инертной среде.
- 7.1.2 Помещают аналитические весы в инертную среду, пропускают сетевой шнур через одно из малых боковых отверстий, используя ленту, герметизируют отверстие вокруг шнура.

7.1.3 Помещают следующие предметы в инертную среду:

- небольшой стеклянный стакан (5.11);
- герметизированную бутылку тетраэтилбората натрия (4.4);
- большой шпатель, малый шпатель и малый стеклянный стакан, содержащий ТГФ (4.5);
- одноразовую пипетку (5.10).

7.1.4 Используя подключенную со стороны инертной среды подачу газа (см. 4.11), наполняют им бокс, давая возможность смеси газа с воздухом вытесняться через переднее отверстие в течение нескольких минут. Это будет обеспечивать достаточно низкую концентрацию остающегося кислорода, чтобы избежать возможного самопроизвольного воспламенения.

7.1.5 Герметизируют переднее отверстие инертной среды и закрывают подачу инертного газа.

7.1.6 Используя перчатки бокса, отвешивают 2 г тетраэтилбората натрия (4.4) в стакан (5.11) и затем добавляют достаточное количество ТГФ (4.5) для растворения бората (менее 10 мл).

7.1.7 Снова герметизируют крышку сосуда с тетраэтилборатом натрия.

7.1.8 Открывают фронтальную часть бокса и убирают все предметы, оставляя их внутри вытяжного шкафа для последующей мойки.

7.1.9 Переносят раствор тетраэтилбората натрия из стакана (5.11) в мерную колбу (5.8) объемом 10 мл и доводят объем раствор до метки, добавляя ТГФ (4.5). Неиспользуемый реактив хранят максимум в течение трех месяцев в холодильнике, чтобы минимизировать испарение растворителя.

**Примечание** — Предварительно взвешенный тетраэтилборат или коммерческие растворы имеются в наличии на рынке.

## 7.2 Приготовление стандартных растворов

### 7.2.1 Общие положения

Оловоорганические соединения имеются на рынке в форме хлоридов, но концентрация для калибровочной кривой и результат выражены в мг/кг оловоорганических катионов.

**Пример 1** — Для *дибутилового дихлорида*  $Bu_2SnCl_2$  является хлоридной формой и  $Bu_2Sn^{2+}$  является катионной формой.

Таблица 2 дает количество оловоорганического хлорида и весовой коэффициент для пересчета оловоорганических катионов (для 100 %-ной чистоты хлоридной формы).

Таблица 2 — Количество оловоорганического хлорида и весовой коэффициент для пересчета оловоорганических катионов

| Соединение                   | Весовой коэффициент | Количество оловоорганического хлорида, требуемое для подготовки раствора 1000 мг/л оловоорганического катиона (в колбе объемом 100 мл), мг |
|------------------------------|---------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Определяемые соединения      |                     |                                                                                                                                            |
| н-бутилового трихлорид       | 0,623               | 160,5                                                                                                                                      |
| н-октилового трихлорид       | 0,686               | 145,8                                                                                                                                      |
| Ди-н-бутилового дихлорид     | 0,767               | 130,4                                                                                                                                      |
| Ди-н-ктилового дихлорид      | 0,830               | 120,5                                                                                                                                      |
| Три-н-бутилового хлорид      | 0,891               | 112,2                                                                                                                                      |
| Трифенилового хлорид         | 0,908               | 110,1                                                                                                                                      |
| Трициклогексилового хлорид   | 0,912               | 109,6                                                                                                                                      |
| Тетра-н-бутилового           | 1,000               | 100,0                                                                                                                                      |
| Внутренние стандарты         |                     |                                                                                                                                            |
| н-гептилового трихлорид      | 0,672               | 148,8                                                                                                                                      |
| ди-н-гептилового дихлорид    | 0,817               | 122,4                                                                                                                                      |
| три-н-пропилового монохлорид | 0,875               | 114,3                                                                                                                                      |
| тетра-н-пропилового          | 1,000               | 100,0                                                                                                                                      |



**Пример 2** — Если взвесить 160,5 мг монобутилового трихлорида ( $\text{BuSnCl}_3$ ), то будет получен раствор 1605 мг/л монобутилового трихлорида, который соответствует концентрации  $1605 \cdot 0,623 = 1000$  мг/л монобутилового катиона ( $\text{BuSn}^{3+}$ ).

**Пример 3** — Если взвесить 110,4 мг диоктилового дихлорида ( $(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{SnCl}_2$ ), то будет получен раствор 1104 мг/л диоктилового дихлорида, который соответствует концентрации  $1104 \cdot 0,830 = 916$  мг/л диоктилового катиона  $[(\text{C}_8\text{H}_{17})_2\text{Sn}^{2+}]$ .

Концентрацию оловоорганического катиона обычно рассчитывают по формуле

$$C_{\text{Sn}} = C_{\text{Cl}} \cdot \text{WF}, \quad (1)$$

где  $C_{\text{Sn}}$  — концентрация оловоорганического катиона, мг/л;  
 $C_{\text{Cl}}$  — концентрация оловоорганического хлорида, мг/л;  
 WF — весовой коэффициент.

#### 7.2.2 Внутренние стандарты — исходный раствор (1000 мг/л оловоорганического катиона)

Используют аналитические весы (5.2) для взвешивания необходимого количества трипропилового гидрохлорида (4.8), моногептилового трихлорида (4.6), дигептилового дихлорида (4.7) и тетрапропилового (4.9). Растворяют их вместе в метаноле (4.13) в одной мерной колбе (5.8) объемом не менее 100 мл, чтобы получить концентрацию 1000 мг/л каждого вещества.

Данный неиспользуемый стандартный раствор хранят максимум один год в холодильнике, чтобы минимизировать испарение растворителя.

#### 7.2.3 Внутренние стандарты — рабочий раствор (10 мг/л оловоорганического катиона)

Используют пипетку (5.6) для переноса 1,0 мл исходного стандартного раствора (7.2.2) в мерную колбу объемом 100 мл (5.8). Доводят раствор до нужного объема добавлением метанола (4.13).

Это соответствует рабочему раствору 10 мг/л для четырех внутренних стандартов.

#### 7.2.4 Определяемые соединения — исходный раствор (1000 мг/л оловоорганического катиона)

Используют аналитические весы (5.2) для взвешивания необходимого количества каждого определяемого соединения (см. таблицу 1). Растворяют их вместе в метаноле (4.13) в одной мерной колбе (5.8) объемом не менее 100 мл, чтобы получить концентрацию 1000 мг/л для каждого вещества.

Данный неиспользуемый стандартный раствор хранят максимум один год в холодильнике, чтобы минимизировать испарение растворителя.

#### 7.2.5 Определяемые соединения — рабочий раствор (10 мг/л оловоорганического катиона)

Используют калиброванную пипетку (5.6) для переноса 1,00 мл исходного раствора определяемого соединения (7.2.4) в мерную колбу объемом 100 мл (5.8). Доводят раствор до нужного объема добавлением метанола (4.13).

Это соответствует раствору 10 мг/л для рабочего раствора определяемого соединения.

**Примечание** — На рынке предлагают коммерческие растворы для использования в приготовлении рабочего раствора внутренних стандартов и рабочего раствора определяемого соединения. Нужно внимательно относиться к концентрации и типу (формы хлорида или катиона) коммерческого раствора. Используют подходящий растворитель и фактор разведения, чтобы получить рабочий раствор 10 мг/л оловоорганического катиона в смешивающемся с водой растворителе.

### 7.3 Приготовление раствора трополона

Используют аналитические весы (5.2) для переноса 0,500 г трополона (4.12) в стеклянный стакан (5.11) и растворяют его приблизительно в 20 мл метанола (4.13). Разводят до 100 мл в мерной колбе (5.8).

Данный раствор может быть использован в течение одного месяца с момента приготовления и храниться в холодильнике при температуре приблизительно 4 °C.

### 7.4 Приготовление буферного раствора

Приготавливают 0,2 моля раствора уксуснокислого натрия, например путем растворения 16,4 г уксуснокислого натрия (4.14) в 1 л воды (4.1), и доводят его до pH 4,5 уксусной кислотой (4.3).

### 7.5 Калибровка

7.5.1 Как правило, выбирают стандартные концентрации 100, 200, 300, 400 и 500 мг/л.

7.5.2 Их добавляют с помощью микропипетки (5.5), как аликвоты 20, 40, 60, 80 и 100 мкл рабочего раствора определяемых соединений (7.2.5), к отдельным сосудам, содержащим 20 мл смеси «метанол-этанол» (80/20 по объему).

7.5.3 Добавляют 100 мкл внутреннего стандарта (7.2.3).

7.5.4 Добавляют 8 мл буферного раствора pH 4,5 (7.4).

7.5.5 Добавляют с помощью пипетки 1 мл раствора трополона (5.6).

7.5.6 Добавляют 100 мкл раствора тетраэтилбората натрия (7.1.9) и энергично встряхивают в течение 30 мин.

7.5.7 Используя пипетку (5.6), переносят 2 мл изооктана (4.10) в сосуд и энергично встряхивают в течение 30 мин.

7.5.8 Переносят изооктановую фазу в газовый хроматограф для анализа.

## 7.6 Приготовление образца

7.6.1 Используют аналитические весы (5.2) для взвешивания  $(1,0 \pm 0,1)$  г образца (см. раздел 6), который помещают во взвешенный пустой сосуд объемом 50 мл (5.4), и записывают массу  $m_1$  с точностью до 0,1 мг.

7.6.2 Добавляют 20 мл смеси «метанол—этанол» (4.2) (80/20 по объему).

7.6.3 Добавляют 100 мкл внутреннего стандарта (7.2.2).

7.6.4 Добавляют с помощью пипетки 1 мл раствора трополона.

7.6.5 Экстрагируют в ультразвуковой бане (5.9) в течение 1 ч при 60 °C.

7.6.6 При необходимости центрифугируют при 4000 г в течение 5 мин и переносят прозрачный раствор в другой сосуд.

7.6.7 Добавляют 8 мл буферного раствора pH 4,5 (7.4).

7.6.8 Добавляют 100 мкл раствора тетраэтилбората натрия (7.1.9) и энергично встряхивают в течение 30 мин, используя механический встряхиватель (5.13).

7.6.9 Используя пипетку (5.6), переносят 2 мл изооктана (4.10) в сосуд и энергично встряхивают в течение 30 мин, используя механический встряхиватель (5.13).

Примечание — Для более полного разделения может быть использовано центрифугирование 4000 г.

7.6.10 Переносят изооктановую фазу в газовый хроматограф для анализа.

## 7.7 Приготовление холостого раствора.

Приготавливают холостой раствор таким же образом, как и образцы для анализа (7.6.2—7.6.10).

## 7.8 Газовая хроматография

Примечание — Следует обращаться к инструкциям пользователя для используемого аналитического оборудования (например, протокол, приведенный в приложении А).

### 7.8.1 Общие положения

Когда возможно, необходимо проводить повторные определения на всех образцах, холостом и стандартном растворе.

### 7.8.2 Идентификация

Идентифицируют определяемые соединения путем сравнения времени удерживания образцов и калибровки. Время удерживания для образцов должно находиться во временном окне  $(T_r \pm 1)$  % по сравнению с калибровкой.

Для детектирования определяемых соединений используют три диагностических иона (один ион для количественного определения и два других — для качественного) и весь спектр (см. таблицу 3 для выбора трех диагностических ионов).

Используют масс-спектрометр в синхронном SIM/SCAN-режиме или в SIM-режиме со SCAN-подтверждением в случае положительных результатов.

Определяемые соединения должны быть установлены количественно с внутренним стандартом с такой же степенью замещения.

Таблица 3 – Вероятность определения диагностических ионов и количественного измерения определяемых соединений и их соответствующего внутреннего стандарта

| Соединение (этиловое производное)           | Группа 1 | Группа 2 | Группа 3 |
|---------------------------------------------|----------|----------|----------|
| Внутренний стандарт: моногептилтриэтилолово | 277/275  | 179/177  | 151/149  |
| н-бутилтриэтилолово                         | 235/233  | 179/177  | 151/149  |
| н-октилтриэтилолово                         | 291/289  | 179/177  | 151/149  |
| Внутренний стандарт: дигептилдиэтилолово    | 347/345  | 249/247  | 151/149  |
| ди-н-бутилдиэтилолово                       | 263/261  | 179/177  | 151/149  |



Окончание таблицы 3

| Соединение (этиловое производное)           | Группа 1 | Группа 2 | Группа 3 |
|---------------------------------------------|----------|----------|----------|
| ди-н-октилдиэтилолово                       | 375/373  | 263/261  | 151/149  |
| Внутренний стандарт: трипропилмоноэтилолово | 249/247  | 235/233  | 193/191  |
| три-н-бутилмоноэтилолово                    | 291/289  | 263/261  | 179/177  |
| трициклогексилмоноэтилолово                 | 233/231  | 315/313  | 369/367  |
| трифенилмоноэтилолово                       | 351/3 49 | 197/195  | —        |
| Внутренний стандарт: тетра-н-пропилолово    | 249/247  | 165/163  | 207/205  |
| тетра-н-бутилолово                          | 291/289  | 235/233  | 179/177  |

Примечание — Монозамещенные определяемые соединения количественно определяют с использованием монозамещенного внутреннего стандарта. Например, н-бутилтриэтилолово и н-октилтриэтилолово определяют с помощью внутреннего стандарта моногептилтриэтилолово.

### 7.9 Количественное определение

7.9.1 Рассчитывают полные площади пиков стандартов, внутреннего стандарта и каждого детектируемого оловоорганического соединения в образце.

7.9.2 Используя данные оловоорганических стандартов, рассчитывают фактор отклика детектора, DRF, для каждого соединения олова при каждой его концентрации, используя формулу

$$DRF = \frac{CS_{Sn} \cdot AR_{is}}{AS_{Sn} \cdot CR_{is}}, \quad (2)$$

где  $CS_{Sn}$  — концентрация оловоорганического катиона в стандарте, мкг/л;

$AR_{is}$  — площадь пика соответствующего внутреннего стандарта;

$AS_{Sn}$  — площадь пика оловоорганического катиона в стандарте;

$CR_{is}$  — концентрация соответствующего внутреннего стандарта (500 мкг/л).

7.9.3 Для каждого соединения рассчитывают среднее значение по всем DRF, полученным для каждого уровня концентрации, используя формулу

$$DRF_{\alpha} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n DRF_i, \quad (3)$$

Теоретически величины DRF для конкретного соединения олова должны быть точно такими же, но имеются небольшие отличия.

7.9.4 Это среднее значение  $DRF_{\alpha}$  используют для расчета концентрации оловоорганических соединений в образце, используя формулу

$$C_{Sn} = \frac{A_{Sn} \cdot DRF_{\alpha} \cdot C_{is}}{A_{is}}, \quad (4)$$

где  $C_{Sn}$  — концентрация оловоорганического катиона в образце, мкг/л;

$A_{Sn}$  — площадь пика оловоорганического соединения;

$C_{is}$  — концентрация соответствующего внутреннего стандарта (500 мкг/л);

$A_{is}$  — площадь пика соответствующего внутреннего стандарта.

7.9.5 Используя следующую формулу, преобразуют  $CS_{Sn}$ , при этом единицы, выраженные в мкг/л, преобразуются в мкг/кг:

$$M_{Sn} = \frac{C_{Sn} \cdot V}{m_1}, \quad (5)$$

где  $M_{Sn}$  — количество олова, мкг/кг;

$V$  — объем аликвоты изоктана, взятый по 7.6.9 (2 мл);

$m_1$  — масса образца, полученная по 7.6.1, г.

### 7.10 Предел детектирования и предел количественного определения

Предел детектирования должен составлять 50 мкг/кг и предел количественного определения — 200 мкг/кг.



## 8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие сведения:

- a) ссылка на настоящий стандарт;
- b) все подробности, необходимые для полной идентификации испытуемого образца;
- c) температура, при которой проводят испытание;
- d) результат испытания (в пересчете на оловоорганический катион), как указано в 7.9;
- e) любое отклонение, по соглашению или по другим причинам, от установленной процедуры.

**Приложение А**  
**(справочное)**

**Рекомендуемые условия проведения хромато-масс - спектрометрического анализа (ГХ/МС)**  
**оловоорганического соединения**

Длина колонки: 25 мм, внутренний диаметр 0,22 мм. Подходит ВРХ5 колонна (SGE) или эквивалентная. Не следует использовать предварительную колонку.

Газ - носитель: гелий, скорость потока 0,76 мл/мин, линейная скорость 33,5 см/с.

Температура инжектора: 240 °С, режим «без разделения потока» (splitless), время «без разделения потока времени» (splitless time) 2,0 мин.

Объем вводимой пробы: 1,0 мкл.

|                          |                                 |                          |
|--------------------------|---------------------------------|--------------------------|
| Температурная программа: | 60 °С в течение 4 мин.          |                          |
|                          | До 300 °С при 20 °С/мин.        |                          |
|                          | 300 °С в течение 6 мин.         |                          |
|                          | Время полной программы: 22 мин. |                          |
| Температуры анализатора: | Линия передачи:                 | 280 °С                   |
|                          | Ионный источник:                | 180 °С (приблизительно). |
|                          | Квадруполь:                     | 140 °С (приблизительно). |
|                          | Электронный умножитель:         | 65 °С (приблизительно).  |

Параметры мониторинга выбранных ионов (SIM):

|                      |                                     |                                                                        |
|----------------------|-------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|
| Временной интервал 1 | Ионы, выбранные для детектирования: | 179,00 а.е.м, 235,00 а.е.м, 263,00 а.е.м, 291,00 а.е.м и 375,00 а.е.м. |
|                      | Время регистрации иона:             | 100 мс.                                                                |
|                      | Изменение выбора иона в течение:    | 14,8 мин.                                                              |
| Временной интервал 2 | Ионы, выбранные для детектирования: | 179,00 а.е.м, 233,00 а.е.м, 315,00 а.е.м, 351,00 а.е.м и 369,00 а.е.м. |
|                      | Время регистрации иона:             | 100 мс.                                                                |



**Приложение В**  
**(справочное)**

**Достоверность метода**

Данные в таблице В.1 были получены в результате совместного сравнительного испытания, проведенного пятью лабораториями.

Таблица В.1 – Результаты сравнительного испытания

| Опovo-<br>органичес-<br>кое<br>соединение                                     | Ожида-<br>емый<br>результат | Лабораторные результаты |     |      |       |       |       |       |       | Сред-<br>няя ве-<br>личина | Стандарт-<br>ное откло-<br>нение | Относи-<br>тельное<br>стандарт-<br>ное откло-<br>нение, % |
|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|-------------------------|-----|------|-------|-------|-------|-------|-------|----------------------------|----------------------------------|-----------------------------------------------------------|
|                                                                               |                             | 1                       | 2   | 3    | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     |                            |                                  |                                                           |
| МБТ <sup>a)</sup>                                                             | 1 000                       | 1 545                   | 868 | 1798 | 1 590 | 1 610 | 1 700 | 1 950 | 2 140 | 1 650                      | 375                              | 23                                                        |
| ДБТ <sup>b)</sup>                                                             | 1 000                       | 786                     | 786 | 760  | 690   | 710   | 840   | 800   | 760   | 767                        | 48                               | 6                                                         |
| ТБТ <sup>c)</sup>                                                             | 500                         | 348                     | 415 | 484  | 400   | 490   | 490   | 440   | 600   | 458                        | 76                               | 17                                                        |
| <sup>a)</sup> Монобутил.<br><sup>b)</sup> Дибутыл.<br><sup>c)</sup> Трибутил. |                             |                         |     |      |       |       |       |       |       |                            |                                  |                                                           |

Приложение ДА  
(справочное)Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов  
национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного<br>международного стандарта                                                                                                                                                                                                                                       | Степень соответствия | Обозначение и наименование<br>национального стандарта |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|-------------------------------------------------------|
| ИСО 3696:1987                                                                                                                                                                                                                                                                            | -                    | *                                                     |
| * 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. |                      |                                                       |

## Библиография

- [1] ISO/TR 16178, Footwear – Critical substances potentially present in footwear and footwear component

|                                                                                                                                                                |            |     |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|-----|-----|
| УДК 685.34.01:006.354                                                                                                                                          | ОКС 61.060 | M19 | IDT |
| Ключевые слова: обувь, критические вещества, присутствие, оловоорганические соединения, определение, метод, образец, процедура, измерение, результат, протокол |            |     |     |

Редактор *И.В. Гоголь*  
 Корректор *М.С. Кабакова*  
 Компьютерная верстка *Е.И. Мосур*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60х84<sup>1/8</sup>.  
 Усл. печ. л. 1,40. Тираж 37 экз. Зак. 3649.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»  
 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)