

Межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16778-2024 "Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки защитные. Определение диметилформамида" (введен в действие приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 октября 2024 г. N 1357-ст)

**Occupational safety standards system. Personal protective means of hands. Protective gloves.
The determination of dimethylformamide**

УДК 685.4:006.354 МКС 13.340.40 IDT

Дата введения - 1 ноября 2025 г. Введен впервые

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены"

Сведения о стандарте

1 Подготовлен Федеральным государственным бюджетным учреждением "Российский институт стандартизации" (ФГБУ "Институт стандартизации") на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 Внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 Принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2024 г. N 176-П)

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
Армения	AM	ЗАО "Национальный орган по стандартизации и метрологии" Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 октября 2024 г. N 1357-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 16778-2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 16778:2016 "Перчатки защитные. Определение диметилформамида" ("Protective gloves - The determination of Dimethylformamide in gloves", IDT).

Европейский стандарт разработан Техническим комитетом CEN/TC 162 "Защитная одежда, включающая защиту рук и кистей, и спасательные жилеты".

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного европейского стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Дополнительные сноски в тексте стандарта, выделенные курсивом, приведены для пояснения текста оригинала

6 Введен впервые

7 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения диметилформамида (ДМФА - CAS-номер 68-12-2) в материалах перчаток.

П р и м е ч а н и е - Для диметилформамида используют следующие сокращения: ДМФ, ДМФА, ДМФО.

Метод испытаний применяют к следующим материалам:

- материалы из полиуретана (ПУ) (за исключением эластана), материалы с полиуретановым покрытием (текстиль, кожа¹⁾), полиуретановая пена, смешанные полиуретановые материалы;

¹⁾ Объектом стандартизации в рамках данного стандарта наиболее вероятно является искусственная (синтетическая) кожа.

- клеи (или клеевые материалы);
- все материалы, изготовленные методом погружения с использованием ДМФА.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте нормативные ссылки отсутствуют.

3 Сущность метода

Образец режут на мелкие куски и экстрагируют метанолом в герметичной колбе в ультразвуковой ванне. Выполняют анализ аликвоты экстракта методом ГХ-МС²⁾.

²⁾ Применяют метод газовой хроматографии - масс-спектрометрии (ГХ-МС).

4 Расходные материалы

4.1 Реактивы

Перечень веществ приведен в таблице 1.

Таблица 1 - Реактивы, используемые для анализа

Номер	Вещества	Номер CAS	Чистота
-------	----------	-----------	---------

1	N, N-диметилформамид (ДМФА)	68-12-2	Сертифицированный стандарт (чистота не менее 95 %)
2	Диметилформамид-d7 (ДМФА-d7)	4472-41-7	Сертифицированный стандарт (чистота не менее 95 %)
3	Метанол	67-56-1	Для анализа (чистота не менее 95 %)

4.2 Исходные растворы

4.2.1 Внутренний стандарт - исходный раствор (1000 мг/дм³)

Взвешивают 100 мг ДФМА-d7 с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки метанолом и хранят при температуре 4 °C не более одного месяца.

4.2.2 Внутренний стандарт - рабочий раствор (200 мг/дм³)

Готовят раствор, разбавляя исходный раствор (см. 4.2.1) метанолом в пять раз. Условия хранения составляют не более одного месяца при температуре 4 °C.

4.2.3 Целевое соединение - исходный раствор (1000 мг/дм³)

Взвешивают 100 мг ДФМА с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки метанолом и хранят при температуре 4 °C не более одного месяца.

4.2.4 Целевое соединение - рабочий раствор (200 мг/дм³)

Готовят раствор, разбавляя исходный раствор (см. 4.2.3) метанолом в пять раз. Условия хранения составляют не более одного месяца при температуре 4 °C.

4.2.5 Экстракционный раствор с добавлением 20 мг/дм³ внутреннего стандарта

Добавляют 100 см³ внутреннего стандарта - рабочего раствора (см. 4.2.2) в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят метанолом до метки. Допускается хранить раствор в контейнере при температуре 4 °C в течение шести месяцев.

5 Оборудование

В дополнение к стандартному лабораторному оборудованию:

5.1 Аналитические весы (с точностью не менее 0,1 мг).

5.2 Герметичная колба (например, колба Эrlenмейера) с завинчивающейся крышкой и уплотнителем из ПТФЭ, вместимостью 250 см³.

5.3 Ультразвуковая ванна, способная обеспечить температуру (70 ± 5) °C.

5.4 Мембранный фильтр из ПТФЭ, с размером пор 0,45 мкм.

5.5 Флаконы¹⁾ с крышками из ПТФЭ для анализа методом ГХ-МС.

¹⁾ В контексте настоящего стандарта под флаконами могут подразумеваться также виалы.

5.6 Мерные колбы вместимостью 10 см³, 100 см³, 1000 см³.

5.7 Микропипетки и дозаторы вместимостью от 20 мм³ до 200 см³.

5.8 Газовый хроматограф с масс-детектором.

6 Проведение испытания

6.1 Отбор образцов

Образец должен включать как минимум одну пару перчаток.

6.2 Кондиционирование

После получения перчаток лаборатория упаковывает их в герметично закрываемый пластиковый пакет (например, полиэтиленовый) перед началом подготовительных операций. Не допускается использование вакуумной герметизации.

Если перчатки хранят перед испытанием более 24 ч, то температура хранения должна составлять (4 ± 3) °C.

Примечание - В ходе валидации в межлабораторном испытании продемонстрировано, что в течение пятнадцатидневного хранения в герметично закрываемом пластиковом пакете при температуре 4 °C существенных различий в результатах не наблюдалось.

Перед началом подготовки образец (в герметично закрываемом пластиковом пакете) кондиционируют в течение (24 \pm 1) ч при температуре (23 \pm 2) °C.

6.3 Подготовка

Образец достают из пластикового пакета.

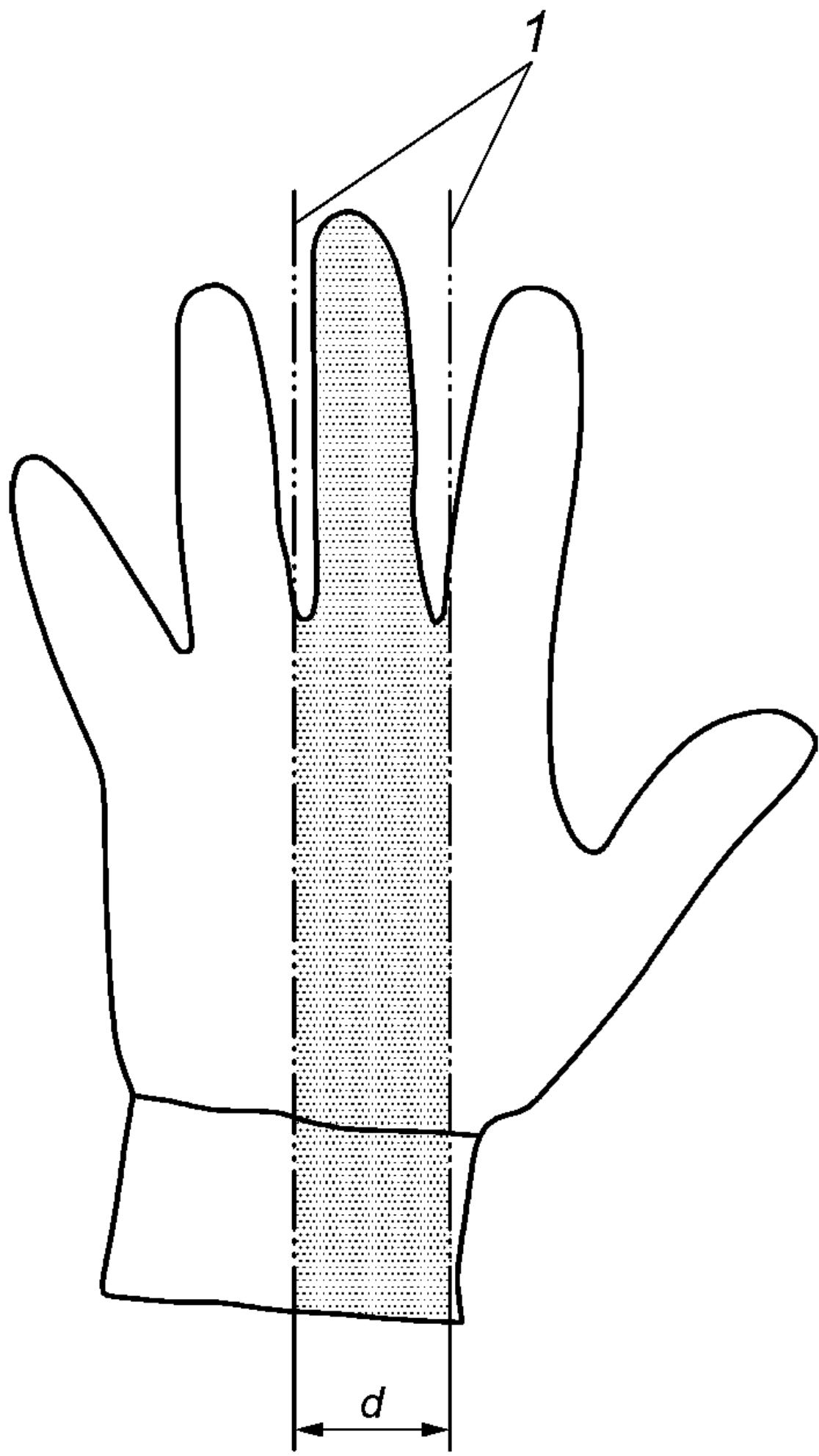
От каждой перчатки из пары отрезают по куску, как показано на рисунке 1, чтобы получилось две испытуемые пробы.

Каждая испытуемая проба должна включать полный палец вместе с полосками из ладонной и тыльной стороны перчатки.

Пробы отбирают так, чтобы включить все материалы.

Каждую из двух испытуемых проб разрезают на куски размером приблизительно 10 \times 10 мм.

Сразу же после с помощью аналитических весов (см. 5.1) взвешивают с точностью до 0,1 г каждую из двух разрезанных испытуемых проб.



1 - линия разреза; $d = (30 \pm 5)$ мм

П р и м е ч а н и е - Заштрихованная область обозначает испытуемую пробу.

Рисунок 1 - Вырезание испытуемых проб

6.4 Экстракция

Экстрагирование начинают не позднее чем через (30 ± 5) мин после взвешивания испытуемых проб.

Помещают каждую испытуемую пробу в колбу Эрленмейера вместимостью 250 см^3 (см. 5.2). Добавляют сохраненный экстракционный раствор (см. 4.2.5) из расчета $10,0 \text{ см}^3$ на 1,0 г нарезанной испытуемой пробы. Экстрагирование выполняют в условиях надежной и газонепроницаемой герметизации.

Далее измеряемую пробу экстрагируют в течение 30 мин при температуре 70°C в ультразвуковой ванне.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ - Экстрагирование при температуре 70°C приводит к избыточному давлению и риску неконтролируемого выделения метанола и потери ДМФА.

После охлаждения до комнатной температуры фильтруют раствор через мембранный фильтр из ПТФЭ (см. 5.4). Аликовту экстракта переносят во флакон для ГХ-МС и закрывают крышкой из ПТФЭ (см. 5.5).

Для предупреждения негерметичности флакон должен закрывать обученный персонал лаборатории.

6.5 Определение методом ГХ-МС

6.5.1 Калибровка

Для построения калибровочной кривой используют пять калибровочных точек, которые готовят в мерных колбах вместимостью 10 см^3 , как указано в таблице 2. Включают в калибровочную кривую шестую калибровочную точку L0 в качестве результата холостого опыта.

Таблица 2 - Выполнение калибровки

Стандарт	L1	12	L3	L4	L5
Объем рабочего раствора целевого соединения (см. 4.2.4), мм^3	25	50	100	250	500
Концентрация целевого соединения в растворе, $\text{мг}/\text{дм}^3$	0,5	1	2	5	10
Объем рабочего раствора внутреннего стандарта (см. 4.2.2), мм^3	1000	1000	1000	1000	1000
Концентрация внутреннего стандарта в $\text{мг}/\text{дм}^3$	20	20	20	20	20
Стандарт ¹⁾	L1	L2	L3	L4	L5
П р и м е ч а н и е - Мерные колбы заполняют метанолом до метки.					
¹⁾ В данном случае под стандартом понимают калибровочную точку.					

6.5.2 Примеры инструментального метода

6.5.2.1 Метод измерения

Рекомендуемые параметры для определения ДМФА с помощью ГХ-МС.

Параметры измерения: ДМФА определяют с помощью анализа методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с помощью одинарного квадрупольного масс-спектрометра в синхронном режиме SIM/SCAN.

6.5.2.2 Условия хроматографии

а) Колонка:

- полярная неподвижная фаза на основе полиэтиленгликоля;
- длина: 30 м;
- внутренний диаметр: 250 мкм;
- толщина пленки: 0,5 мкм.

Допускается использование альтернативной колонки, если она имеет такие же характеристики;

б) несущий газ:

- гелий;

в) печь:

- 60 °C в течение 2 мин;
- 250 °C при 20 °C/мин;
- 250 °C в течение 2 мин;

д) инжектор:

- 240 °C без деления потока, с объемом инъекции 1 мм³.

6.5.2.3 Условия детектирования

а) Переходная линия: 240 °C:

- одинарный квадрупольный масс-спектрометр в синхронном режиме SIM/SCAN;
- диапазон массы в режиме SCAN от 40 а.е.м. до 200 а.е.м.

Таблица 3 - Основные ионы в режиме SIM

Соединения	Ионы
ДМФА	73 (квантификатор)
44 (квалификатор)	
ДМФА-d7	80 (квантификатор)

6.6 Количественное определение¹⁾

¹⁾ Исправлена ошибка оригинала. Первый абзац подраздела исключен как дублирование.

Функцию линейной регрессии определяют по соотношениям (A_e/A_{is}) и (C_e/C_{is}) с помощью следующей формулы:

$$\left(\frac{A_e}{A_{is}} \right) = a \cdot \left(\frac{C_e}{C_{is}} \right) + b$$

где A_e - площадь пика диметилформамида;

A_{is} - площадь пика диметилформамида-d7;

C_e - концентрация диметилформамида в калибровочном стандарте, мкг/дм³;

C_{is} - концентрация диметилформамида-d7 в калибровочном стандарте, мкг/дм³;

a - угол наклона линейной функции;

b - точка пересечения оси ординат калибровочной кривой, мг/дм³.

Содержание ДМФА рассчитывают как массовую долю W ²⁾ в мг/дм³ в соответствии со следующей формулой:

²⁾ Исправлена ошибка оригинала. При дальнейших расчетах содержание ДМФА обозначают "W".

$$W = \left(\frac{V}{m} \right) \cdot \frac{\frac{A_{ech}}{A_{is}} - b}{a} \cdot C_{is},$$

где W - содержание диметилформамида в образце для испытаний, мг/дм³;

V - объем растворителя, используемого для экстракции, см³ (в большинстве случаев равен 10 см³);

m - масса образца для испытаний, г;

A_{ech} - площадь пика диметилформамида в образце;

A_{is} - площадь пика диметилформамида-d7 в образце;

C_{is} - концентрация диметилформамида-d7 в образце, мкг/дм³;

а - угол наклона линейной функции;

б - точка пересечения оси ординат калибровочной кривой. Единицы измерения зависят от обработки результатов.

6.7 Результаты

В протоколе испытаний указывают каждый результат определения.

Конечным результатом является среднее значение (M_v) двух значений, полученных на двух испытуемых пробах.

7 Эффективность метода

Предел количественного определения в данном методе испытания составляет 5 мг/кг ДМФА для перчаток или их элементов.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать как минимум следующие сведения:

- ссылку на настоящий стандарт;
- описание упаковки в момент получения;
- все данные, необходимые для полной идентификации испытуемого образца;
- дату поступления образца в испытательную лабораторию;
- дату испытаний;
- условия и продолжительность хранения перед испытанием в лаборатории;
- используемый аналитический метод;
- содержание определяемого экстрагированного ДМФА указывают в млн⁻¹ (см. 6.7);
- любые отклонения от требований настоящего стандарта.

Приложение А (справочное)

Результаты межлабораторного испытания

Представленные ниже данные собраны в ходе корреляционного межлабораторного испытания, проводившегося CEN/TC 162/WG 8 в ноябре/декабре 2013 года с участием группы специализированных испытательных лабораторий (данные можно получить по запросу в секретariate CEN/TC 162).

Таблица А.1 - Результаты корреляционного межлабораторного испытания

	Количество лабораторий	Количество измерений на каждую лабораторию	Среднее значение	Стандартное отклонение
Образец с добавкой 10 млн m^{-1}	8	1	12,5	7,0
Образец с добавкой 200 млн m^{-1}	5	1	197,7	8,0
Образцы из полиуретана, изготовленные методом погружения, с волокном Dyneema	5	4	33,7	5,3
Образцы из полиуретана, изготовленные методом погружения, с нейлоном	7	4	761,4	130,9

Библиография

CEN ISO/TS 16189 Footwear - Critical substances potentially present in footwear and footwear components - Test method to quantitatively determine dimethylformamide in footwear materials (ISO/TS 16189:2013) [Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод испытания для количественного определения содержания диметилформамида в обувных материалах (ISO/TS 16189:2013)]

Ключевые слова: средства индивидуальной защиты рук, перчатки, диметилформамид.