МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
35291—
2025**

ПРОДУКЦИЯ, ПРЕДНАЗНАЧЕННАЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ И ПОДРОСТКОВ

Газохроматографическое определение фталатов в водных вытяжках из материалов различного состава

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

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 РАЗРАБОТАН Ассоциацией предприятий индустрии детских товаров «АИДТ» (Ассоциация «АИДТ») совместно с Федеральным государственным автономным учреждением «Национальный медицинский исследовательский центр здоровья детей» Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГАУ «НМИЦ здоровья детей» Минздрава России)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 181 «Игрушки и товары для детства»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 июля 2025 г. № 187-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
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 августа 2025 г. № 875-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35291—2025 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2026 г. с правом досрочного применения

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Требования безопасности и охраны окружающей среды 3
5 Требования к квалификации операторов 3
6 Требования к условиям выполнения измерений 3
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы 3
8 Подготовка к выполнению измерений 5
9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов 8
10 Приготовление водной вытяжки 9
11 Подготовка пробы для анализа 10
12 Выполнение измерений 10
13 Обработка результатов измерений 10
14 Проверка приемлемости результатов параллельных определений 11
15 Требования к показателям точности измерений 11
16 Представление результатов измерений 11
17 Контроль качества результатов измерений 12
Приложение А (справочное) Схема выпаривателя (материал — стекло Пирекс) 14
Приложение Б (справочное) Физико-химические свойства определяемых веществ 15
Приложение В (справочное) Примеры хроматограмм градуировочных растворов 16
Приложение Г (справочное) Блок-схема проведения анализа 17

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ, ПРЕДНАЗНАЧЕННАЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ И ПОДРОСТКОВ

Газохроматографическое определение фталатов в водных вытяжках из материалов различного состава

Products intended for children and teenagers.
Gas chromatographic determination of dimethyl phthalates in water extracts from materials of various composition

Дата введения — 2026—09—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод капиллярной газовой хроматографии для определения содержания дибутилфталата, бис(2-этилгексил)фталата, диметилтерефталата, диэтилфталата, диметилфталата и диоктилфталата в водных вытяжках из материалов различного состава, используемых для изготовления игрушек, продукции для детей и подростков в диапазоне массовых концентраций:

- для дибутилфталата, бис(2-этилгексил)фталата — от 0,004 до 1,2 мг/дм^3 включительно;
- диметилтерефталата, диэтилфталата — от 0,005 до 1,2 мг/дм^3 включительно;
- диметилфталата и диоктилфталата – от 0,01 до 1,2 мг/дм^3 включительно.

При концентрациях веществ свыше 1,2 мг/дм^3 требуется разбавление пробы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004[1)] Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

[1)] В Российской Федерации действуют «Правила обучения по охране труда и проверки знания требований охраны труда», утвержденные Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 декабря 2021 г. № 2464.

Издание официальное

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО 5725-1[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на извлечении среднелетучих органических соединений (СЛОС) из водных вытяжек жидкостной экстракцией гексаном, упаривании растворителя до безводного органического масла, реэкстракции метанолом, газохроматографическом разделении на двух параллельно соединенных кварцевых капиллярных колонках разной полярности, детектировании веществ с помощью пламенно-ионизационных детекторов, идентификации веществ по их временам удерживания и количественном определении методом абсолютной градуировки.

Диапазон измеряемых массовых концентраций определяемых веществ в водных вытяжках из анализируемых проб образцов с учетом разбавления пробы указан в таблице 1.

Таблица 1

Наименование веществ	Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм^3
Диметилфталат	0,010—1,200
Диметилтерефталат	0,005—1,200
Диэтилфталат	0,005—1,200
Дибутилфталат	0,004—1,200
Бис(2-этилгексил)фталат	
Диоктилфталат	0,010—1,200

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет ориентировочно 25 мин.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

4 Требования безопасности и охраны окружающей среды

При выполнении измерений соблюдают следующие требования:

- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;
- при выполнении измерений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано вытяжной вентиляцией;
- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005;
- при выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора;
- газовый хроматограф должен быть снабжен устройством для заземления, соответствующим требованиям ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.1.030;
- организацию обучения работников технике безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004;
- при использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа необходимо соблюдать правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, установленные законодательством государств — участников Соглашения[1)].

5 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование химического профиля, владеющие методом газохроматографического анализа, знающие принцип действия и правила эксплуатации оборудования и показавшие удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля точности измерений.

Требования к образованию прописывают в должностной инструкции, степень освоения метода (знания принципа действия и правил эксплуатации оборудования, способность воспроизводить методику с необходимой точностью) проверяет квалифицированный специалист; ее отражают во внутренней документации организации.

6 Требования к условиям выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

- температура воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление . . . . . от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- напряжение сети . . . . . (220 ± 22) В.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

7.1 Средства измерений, посуда

Хроматограф газовый с двумя пламенно-ионизационными детекторами (ПИД) с пределом детектирования $5 \cdot 10^{-12}$ г/с, предназначенный для работы с капиллярными колонками, с программным обеспечением.

Микрошприцы вместимостью 1, 10, 50, 100, 250, 500 мкл.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 600 г, с пределом допустимой погрешности не более ±0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности не более ±0,0005 г.

[1)] В Российской Федерации действуют Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. № 536.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные вместимостью 5, 10, 25 $см^3$ по ГОСТ 29227, 2-го класса точности.

Колбы мерные с притертыми пробками вместимостью 50, 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770.

Воронки делительные ВД-3-500 по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью 100, 250 $см^3$ со шлифом $^{29}/_{32}$ по ГОСТ 25336.

Выпариватель (колба для выпаривания гексана вместимостью 50 $см^3$ с узким оттянутым цилиндрическим дном) (см. приложение А) или микроконцентратор Кудерна-Даниша вместимостью 40 $см^3$ с пробиркой вместимостью 2 $см^3$.

Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 80—106 кПа (600—800 мм рт. ст.) и с неопределенностью измерений не более ±2,5 мм рт. ст.

7.2 Вспомогательное оборудование

Фильтр из комплекта хроматографа для очистки газовых потоков, питающих хроматограф, с расходом очищаемого воздуха не более 600 мл/мин.

Колонка кварцевая капиллярная № 1 длиной 30 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы: 14 % цианопропилфенилполисилоксана и 86 % диметилполисилоксана, толщиной 1,0 мкм.

Колонка кварцевая капиллярная № 2 длиной 30 м, внутренним диаметром 0,53 мм, покрытая пленкой неподвижной жидкой фазы: 5 % фенилполисилоксана и 95 % диметилполисилоксана, толщиной 1,5 мкм.

Капилляр деактивированный (среднеполярный) соединительный кварцевый длиной 3 м, внутренним диаметром 0,53 мм.

Y-коннектор универсальный для соединения капиллярных колонок с деактивированным соединительным кварцевым капилляром с внутренним диаметром от 0,25 до 0,53 мм.

Насос вакуумный диафрагменный с тефлоновой мембраной, клапаном регулировки и вакуумметром.

Установка обратноосмотическая с баком-накопителем вместимостью 80 $дм^3$, с фильтрами: микрофильтрационным, угольным, угольным блок-фильтром, обратноосмотическим.

Дистиллятор из нержавеющей стали без бака-накопителя, производительностью 2 л/ч.

Генератор водорода производительностью 10 л/ч, давлением 140 кПа.

Компрессор воздушный.

Регулятор давления баллонный (гелиевый).

Ванна ультразвуковая.

Примечание — Применение фильтра для очистки воздуха позволяет уменьшить уровень флуктуационных шумов ПИД.

7.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аналитический стандарт — смесь из фталатов (дибутилфталат, бис(2-этилгексил)фталат, диэтилфталат, диметилфталат, диоктилфталат) с концентрацией 2 $мг/см^3$ в метаноле или

Дибутилфталат с содержанием основного вещества не менее 99 %, х. ч.

Бис(2-этилгексил)фталат с содержанием основного вещества не менее 98 %, х. ч.

Диэтилфталат с содержанием основного вещества не менее 98,5 %, х. ч.

Диметилфталат с содержанием основного вещества не менее 98,5 %, х. ч.

Диоктилфталат с содержанием основного вещества не менее 98 %, х. ч.

Диметилтерефталат с содержанием основного вещества не менее 98,5 %, х. ч.

Гексан с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Спирт метиловый по ГОСТ 6995, х. ч.

Гелий газообразный (сжатый), в. ч., с объемной долей гелия не менее 99,9999.

Клей полиамидный для склеивания капиллярных колонок.

7.4 Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования, посуды, реактивов и материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных и химических реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Подготовка капиллярных колонок

Кварцевые капиллярные колонки соединяют с кварцевым деактивированным капилляром с помощью специального разветвителя (Y-коннектора), в котором поток газа-носителя делится пополам и попадает в каждую капиллярную колонку. Затем свободный конец кварцевого деактивированного капилляра соединяют с одним испарителем.

Систему кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами, нагревая в термостате хроматографа с программированием температуры от 50 °С до 280 °С со скоростью 10 °С/мин и выдерживая при конечной температуре в течение 2 ч. Входы капиллярных колонок в детекторы при этом заглушают графитовыми муфтами. После охлаждения термостата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к пламенно-ионизационным детекторам. Затем проверяют герметичность соединений и устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

8.2 Подготовка хроматографа

8.2.1 Подготовку хроматографа проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

8.2.2 Ориентировочные условия проведения газохроматографического анализа:

- температура детектора (ПИД) . . . . . 270—300 °С;
- температура испарителя . . . . . 270—300 °С.

8.2.3 Условия для капиллярных колонок:

- температура первого изотермического участка . . . . . 110 °С;
- длительность первого изотермического участка . . . . . 1 мин;
- скорость программирования температуры . . . . . 10 °С/мин;
- температура второго изотермического участка . . . . . 260—280 °С;
- длительность второго изотермического участка . . . . . 7 мин;
- давление на входе в капиллярные колонки . . . . . 61,5 кПа;
- сброс газа-носителя:
  - 0—1 мин . . . . . 0 $см^3$/мин;
  - 1—2 мин . . . . . 60 $см^3$/мин;
  - 2—25 мин . . . . . 20 $см^3$/мин;
- поддув газа-носителя (на 2 ПИД) . . . . . 40 $см^3$/мин;
- расход водорода (на 2 ПИД) . . . . . 40 $см^3$/мин;
- расход воздуха (на 2 ПИД) . . . . . 400 $см^3$/мин;
- ориентировочное время анализа . . . . . 25 мин.

8.3 Подготовка посуды

Посуду, используемую при приготовлении градуировочных растворов, водных вытяжек и для парофазного анализа, тщательно моют с поверхностно-активным моющим средством. После этого посуду замачивают на 3—4 ч в 3 %-ном растворе двухромовокислого калия в серной кислоте и отмывают в проточной водопроводной воде. После тщательного ополаскивания дистиллированной водой посуду сушат в сушильном шкафу. При сильном загрязнении посуду тщательно ополаскивают гексаном, который используют для приготовления реактивов. После охлаждения посуды колбы закрывают притертыми пробками.

Примечание — Допускаются иные способы мытья посуды с применением других средств, обеспечивающих ее чистоту.

8.4 Получение дистиллированной воды для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек

Для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек из реактивов и материалов необходимо использовать дистиллированную воду, не содержащую веществ, определяемых настоящим методом. Дистиллированную воду получают в две стадии:

- очистка воды с помощью обратноосмотической установки, предназначенной для глубокого обессоливания водопроводной воды и ее очистки от органических растворенных веществ методом после-

довательной фильтрации через микрофильтрационный, два угольных, обратноосмотический фильтры и угольный блок-фильтр, производительностью не менее 40 л/ч;

- перегонка воды, предварительно очищенной на обратноосмотической установке, с помощью дистиллятора из нержавеющей стали без бака-накопителя производительностью 2 л/ч. Отбор дистиллированной воды проводят в стеклянную посуду с притертой пробкой или закручивающейся крышкой.

Примечание — Допускается применение иных систем очистки воды с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных.

8.5 Проверка чистоты дистиллированной воды, гексана и метанола

Для проверки чистоты дистиллированной воды, гексана и метанола проводят весь цикл операций по 8.7 без добавления в используемую дистиллированную воду определяемых веществ. Проверку проводят при смене партии растворителя и при получении результатов анализа, вызывающих сомнения, выявленных при внутрилабораторном контроле. При обнаружении веществ, определяемых данным методом, выявляют и устраняют источник загрязнения, после чего проводят повторный анализ.

8.6 Приготовление градуировочных растворов

8.6.1 Приготовление градуировочных растворов проводят весовым или объемным способами. Физико-химические свойства определяемых веществ приведены в приложении Б. Вскрытые ампулы с реактивами хранят в герметично укупоренных флаконах при температуре 4 °С—8 °С не более 6 мес, если в документации на них не указаны другие условия хранения.

8.6.2 Приготовление исходных градуировочных растворов

а) Исходный раствор № 1 [дибутилфталат, бис(2-этилгексил)фталат, диэтилфталат, диметилфталат, диоктилфталат (c = 2 мг/см^3)]: используют аналитический стандарт — смесь из фталатов в метаноле или готовят раствор из отдельных веществ.

б) Исходный раствор № 2 [диметилтерефталат (c = 2 мг/см^3)]: (100,0 ± 0,1) мг диметилтерефталата вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят уровень метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения исходных растворов — 6 мес при температуре от 4 °С до 8 °С в защищенном от света месте или в соответствии с паспортом изготовителя. При повторном использовании приготовленные растворы выдерживают при комнатной температуре 1 ч и перемешивают.

8.6.3 Приготовление рабочих градуировочных растворов

В мерную колбу вместимостью 500 см^3, содержащую 450 см^3 дистиллированной воды, в соответствии с таблицами 2 и 3 помещают исходные растворы № 1, № 2, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Таблица 2 — Схема приготовления градуировочных растворов из исходного раствора № 1

Номер градуировочного раствора	Объем исходного раствора № 1 (c = 2 мг/см^3), мм^3	Концентрация градуировочных растворов, мг/дм^3
1	1,000	0,004
2	2,50	0,01
3	12,50	0,05
4	25,00	0,10
5	75,00	0,30
6	150,00	0,60
7	300,00	1,20

Таблица 3 — Схема приготовления градуировочных растворов из исходного раствора № 2

Номер градуировочного раствора	Объем исходного раствора № 2 (c = 2 мг/см^3), мм^3	Концентрация градуировочных растворов, мг/дм^3
1	—	—
2	2,50	0,01
3	12,50	0,05
4	25,00	0,10
5	75,00	0,30
6	150,00	0,60
7	300,00	1,20

Градуировочные растворы необходимо менять каждые 6 мес или ранее, если наблюдается расхождение с полученной при первоначальной градуировке зависимостью.

Примечание — Допускается использование градуировочных растворов с другими массовыми концентрациями определяемых веществ, но в пределах их диапазонов измерений с соответствующей корректировкой схемы приготовления градуировочных растворов.

8.7 Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики устанавливают с помощью градуировочных растворов определяемых веществ в воде. Они выражают зависимость площади пика соответствующего вещества от концентрации каждого вещества в воде. Графики строят по схемам приготовления градуировочных растворов (см. таблицы 2, 3).

Жидкостную экстракцию можно проводить двумя способами:

1) 250 см^3 градуировочного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 25 см^3 гексана $V_{экс}$ и встряхивают в течение 3 мин, вынимая два-три раза притертую пробку из колбы для уменьшения избыточного давления паров гексана. После окончания экстракции в колбу медленно по стенке доливают дистиллированную воду до тех пор, пока верхний уровень слоя гексана не достигнет начала шлифа. После этого колбу закрывают притертой пробкой. После расслоения жидкостей (приблизительно через 2—5 мин) в гексановый слой погружают градуированную стеклянную пипетку вместимостью 25 см^3 и отбирают 18—24 см^3 гексана $V_{вып}$, внимательно следя за тем, чтобы конец пипетки не попал в слой воды. Затем гексан сливают в выпариватель и упаривают досуха под небольшим вакуумом[1)] на водяной бане при температуре (40,0 ± 1,0) °С. Остаток смывают со стенок выпаривателя 0,1 см^3 метилового спирта и, выдержав раствор в течение 40 мин при комнатной температуре, анализируют 1,0 мм^3 экстракта, запуская этап «Анализ» в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Разницу между добавленным $V_{экс}$ и отобранным гексаном $V_{вып}$ учитывают в виде поправочного коэффициента (для вводимой пробы) $K_{поп}$ при вычислении результатов анализа

$$K_{поп} = \frac{V_{вып}}{V_{экс}}, \quad (1)$$

где $V_{вып}$ — объем отобранного гексана, см^3;

$V_{экс}$ — объем добавленного гексана, см^3.

2) 250 см^3 градуировочного раствора помещают в делительную воронку вместимостью 500 см^3, добавляют 25 см^3 гексана и встряхивают в течение 3 мин. После расслоения жидкостей (приблизительно через 2—5 мин) гексановый слой сливают в выпариватель и упаривают гексан досуха под небольшим вакуумом[1)] на водяной бане при температуре (40,0 ± 1,0) °С. Остаток смывают со стенок выпари-

[1)] При выпаривании гексана величину давления вакуума в выпаривателе подбирают экспериментально. Она зависит от мощности вакуумного насоса и объема вакуумной системы, а также вместимости и формы колбы для выпаривания гексана. Не допускаются образование в объеме гексана воздушных пузырей, разбрызгивание гексана по колбе и попадание гексана на герметизирующую пробку. Время полного испарения гексана из выпаривателя должно находиться в интервале 18—30 мин. Не рекомендуется использовать масляные вакуумные насосы.

вателя 0,1 $см^3$ метилового спирта и, выдержав раствор в течение 40 мин при комнатной температуре, анализируют 1,0 $мм^3$ экстракта.

Для каждого вещества определяют соотношение между концентрацией введенного вещества и соответствующей ей площадью пика на хроматограмме.

Для построения градуировочного графика, выражающего зависимость площади пика на хроматограмме от массовой концентрации вещества, берут среднюю величину из трех измерений одной массовой концентрации.

Значение массовой концентрации каждого из определяемых веществ в анализируемой пробе не может учитываться, если оно меньше минимальной концентрации этого вещества для градуировки или больше максимальной концентрации этого вещества. В последнем случае следует разбавить анализируемую пробу и провести новый анализ водного раствора.

9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов

По окончании этапа «Анализ» проводят идентификацию определяемых веществ на двух каналах детекторов. Это необходимо для более надежной и достоверной идентификации при анализе многокомпонентных проб, когда одного параметра (времени удерживания компонента на одной колонке) недостаточно.

Для проведения идентификации веществ на двух каналах создают вещества с одинаковым именем на каждом канале детектора.

Идентификацию каждого определяемого вещества пробы проводят по двум параметрам:

1) «Наименование вещества»; 2) «Номер детектора». Пик на первом канале (ПИД-1) имеет статус «Основной». Пик на втором канале (ПИД-2) — «Подтверждающий».

При интерпретации хроматограмм необходимо соблюдать следующие правила:

- время удерживания веществ необходимо указывать максимально точно (три знака после запятой). Окна поиска должны быть небольшие (1 % или менее) с целью минимизации временных областей поиска, в которых возможно присутствие двух или более веществ;
- статус «Основной» для определяемых веществ следует выбирать на том канале, где это вещество лучше отделяется от других анализируемых веществ и посторонних пиков. На втором канале, где пересечение областей поиска с другими веществами более вероятно, данное вещество будет иметь статус «Подтверждающий»;
- если различие заданного времени удерживания двух веществ от реального времени удерживания пика одинаково, предпочтение в идентификации будет отдано веществу с меньшим окном поиска. Это может быть использовано оператором как искусственный прием, например, если присутствие одного вещества в анализируемой пробе более вероятно, чем второго, в зависимости от состава анализируемого вещества. Для использования этого приема двум близко элюируемым веществам назначают одинаковое время удерживания и незначительно отличающиеся окна поиска (например, 1 % и 0,8 %).

Первичную идентификацию веществ, содержащихся в анализируемой пробе, на каждом канале программа проводит путем сравнения времени удерживания каждого определяемого вещества, полученного на каждой колонке, с усредненным временем удерживания, полученным на каждой капиллярной колонке при градуировке. Окончательный этап идентификации оператор проводит самостоятельно. Процесс идентификации заключается в сравнении времен удерживания веществ, идентифицированных программой, с ориентировочными временами удерживания веществ, содержащимися в таблице 4. При этом необходимо внимательно следить за тем, чтобы площади пиков, соответствующие одному веществу на разных каналах, были близки друг к другу.

Таблица 4 — Ориентировочное время удерживания и порядок выхода определяемых веществ на двух параллельных капиллярных колонках

Колонка № 1		Колонка № 2	
Наименование вещества	Время удерживания, мин	Наименование вещества	Время удерживания, мин
Диметилфталат	7,204	Диметилфталат	6,776
Диметилтерефталат	7,872	Диметилтерефталат	7,541
Диэтилфталат	8,666	Диэтилфталат	8,396

Окончание таблицы 4

Колонка № 1		Колонка № 2	
Наименование вещества	Время удерживания, мин	Наименование вещества	Время удерживания, мин
Дибутилфталат	12,262	Дибутилфталат	12,264
Бис(2-этилгексил)фталат	16,895	Бис(2-этилгексил)фталат	17,301
Диоктилфталат	18,338	Диоктилфталат	18,738

Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены в приложении В.

10 Приготовление водной вытяжки

10.1 Отбор проб из образцов материалов и изделий для приготовления водных вытяжек проводят по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

10.2 Приготовление водных вытяжек из проб образцов материалов и изделий проводят при определенной экспозиции, температурном режиме и отношении площади ($см^2$), массы образца (г) к объему модельной среды ($см^3$) в соответствии с нормативными документами, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

Примеры приготовления водных вытяжек из образцов материалов и изделий основных видов продукции приведены в 10.3.

До проведения анализа все образцы материалов и изделий (кроме подгузников) выдерживают в открытом виде (без упаковки) при комнатной температуре и естественном воздухообмене не менее 24 ч. Пробы образцов из полимерных материалов и резины тщательно промывают водой при температуре 37 °С (без применения моющих средств), прополаскивают дистиллированной водой и высушивают при комнатной температуре. Соски дополнительно кипятят 15 мин.

10.3 Приготовление водной вытяжки из материалов различного состава и назначения

10.3.1 Соски, соски-пустышки, прорезыватели

Пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:1. Затем помещают закрытую колбу в термостат при температуре (40 ± 2) °С на 24 ч.

10.3.2 Посуда и столовые приборы

10.3.2.1 Основная модельная среда — дистиллированная вода. Пробу образца замачивают при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:1 или по объему и выдерживают в закрытой емкости.

Если известен объем заполнения образца при предполагаемом способе использования (кружки, бутылки, банки и другое), то моделирование контакта проводят путем их полного заполнения.

10.3.2.2 Время выдержки:

- если время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 10 мин, экспозиция при анализе — 2 ч;
- время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 2 ч, экспозиция при анализе — 1 сут;
- время контакта пищевого продукта с изделием от 2 до 48 ч, экспозиция при анализе — 3 сут;
- время контакта пищевого продукта с изделием свыше 48 ч, экспозиция при анализе — 10 сут.

10.3.2.3 Температурные режимы:

- изделия, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами, заливают дистиллированной водой (модельным раствором) комнатной температуры;
- изделия, предназначенные для контакта с горячей пищей, заливают нагретой до температуры 80 °С дистиллированной водой (модельным раствором) и далее выдерживают при комнатной температуре в течение вышеуказанного времени.

10.3.3 Санитарно-гигиенические и галантерейные изделия

Пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:2 или 1 г на 10 $см^3$ (если невозможно вычислить площадь). Затем помещают в термостат при температуре (37 ± 2) °С и выдерживают 3 ч.

10.3.4 Зубные щетки, массажеры для десен и аналогичные изделия для ухода за полостью рта

Пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:1 или 1 г на 10 $см^3$ (для щетины). Затем помещают в термостат при температуре (40 ± 2) °С и выдерживают 2 ч.

10.3.5 Подгузники

Анализ подгузников проводят в водной вытяжке (дистиллированная вода) без разрушения при насыщенности 1 $см^2/см^3$, температуре (40 ± 2) °С в течение 3 ч или при температуре (20 ± 2) °С в течение 24 ч.

10.3.6 Одежда из текстильных материалов

Пробы образцов помещают в колбы с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении: для одежды первого слоя, постельного белья — (1,0 ± 0,1) г на 50 $см^3$ воды; для одежды второго слоя, тяжелых махровых хлопчатобумажных тканей — (1,0 ± 0,1) г на 100 $см^3$ воды. Колбы с пробами выдерживают в термостате 1 ч при температуре (40 ± 2) °С.

10.3.7 Коляски

Для текстильных материалов пробы образцов помещают в колбу с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении (1,0 ± 0,1) г на 100 $см^3$ воды; для полимерных материалов пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности образца ($см^2$) к объему воды ($см^3$) 1:2. Колбы с пробами выдерживают в термостате 3 ч при температуре (37 ± 2) °С.

10.3.8 Велосипеды, школьно-письменные принадлежности, игрушки

Пробы образцов замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему воды ($см^3$) 1:2 или 1 г на 10 $см^3$ (при сложных конфигурациях или невозможности вычислить их площадь). Затем помещают в термостат при температуре (37 ± 2) °С и выдерживают 3 ч.

В велосипедах испытывают детали, имеющие непосредственный контакт с кожей ребенка (руль, седло).

11 Подготовка пробы для анализа

Объем пробы водной вытяжки для анализа — 250 $см^3$. Срок хранения водной вытяжки — не более 1 сут в герметично закрытой стеклянной колбе при температуре 4 °С—8 °С в месте, защищенном от света. Если проба хранилась в холодильнике, то перед анализом ее надо выдержать 2 ч при комнатной температуре.

Пробу экстрагируют гексаном одним из двух способов, приведенных в 8.7. При образовании большого количества пены процесс расслоения жидкостей может растянуться на 1—2 ч.

12 Выполнение измерений

После выхода прибора на режим «Готовность» проводят все операции по 8.7. Проводят два параллельных измерения метанольного экстракта пробы.

По окончании хроматографического анализа проводят определение времен удерживания, идентификацию, вычисление площадей пиков и вычисление обнаруженных соединений.

Если значения концентрации одного или нескольких веществ превышают верхний предел диапазона градуировки хроматографа, то анализируемый раствор необходимо разбавить и провести анализ разбавленного раствора.

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении Г.

13 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию каждого определяемого вещества, содержащегося в пробе, вычисляют по установленным в 8.7 индивидуальным градуировочным зависимостям.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение $\bar{X}$ двух параллельных определений, удовлетворяющих условиям раздела 14.

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений, мг/$дм^3$.

Для обработки результатов хроматографического анализа используют программное обеспечение прибора.

Результаты измерений округляют с точностью:

- до 0,001 мг/дм^3 — при концентрации от 0,004 мг/дм^3 до 0,100 мг/дм^3;
- 0,01 мг/дм^3 — при концентрации свыше 0,10 мг/дм^3.

14 Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости, % (см. таблицу 5).

При невыполнении условия выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

15 Требования к показателям точности измерений

При соблюдении всех регламентируемых условий проведения анализа в точном соответствии с данным методом неопределенность (и ее составляющие) результатов измерения при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 5, для соответствующих диапазонов массовых концентраций.

Таблица 5 — Показатели точности измерений

Определяемое вещество	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3	Относительная расширенная неопределенность $U(X)$,%, при P = 0,95	Относительное стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Относительный предел повторяемости r, %	Относительный предел воспроизводимости R, %
Диметилфталат	0,010—1,200	19,4	5,9	16	23
Диметилтерефталат	0,005—1,200	23,6	6,5	18	25
Диэтилфталат	0,005—1,200	21,4	6,2	17	24
Дибутилфталат	0,004—1,200	22,0	6,7	19	25
Бис(2-этилгексил)фталат	0,004—1,200	22,8	5,5	15	21
Диоктилфталат	0,010—1,200	19,9	6,5	18	25

16 Представление результатов измерений

Результат анализа представляют в виде

$$(\overline{X} \pm U),\ k = 2,\ P = 0,95, \quad (4)$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/дм^3;

U — расширенная неопределенность, мг/дм^3, при коэффициенте охвата k = 2 и вероятности охвата 0,95.

Расширенную неопределенность измерений массовой концентрации определяемого вещества в абсолютном виде вычисляют по формуле

$$U = U(X) \cdot \overline{X} \cdot 0,01, \quad (5)$$

где $U(X)$ — относительная расширенная неопределенность измерений массовых концентраций определяемых веществ, которая не должна превышать значений, указанных в таблице 5;

0,01 — коэффициент пересчета неопределенности из процентов в доли единицы.

Если содержание компонента ниже нижней границы диапазона определяемых массовых концентраций, результат анализа представляют в виде: «менее 0,004 мг/дм^3»[1)].

17 Контроль качества результатов измерений

17.1 Оперативный контроль неопределенности и воспроизводимости измерений

Оперативный контроль неопределенности и воспроизводимости измерений проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6 не реже одного раза в квартал, а также после ремонта хроматографа, при замене капиллярных колонок, чистке детектора и т. д. Частота контроля может быть увеличена при большой интенсивности работы прибора.

Периодичность оперативного контроля выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур (с использованием метода добавок, образцов для контроля и т. п.), а также контроль стабильности результатов измерений выбираются оператором и регламентируются во внутренних документах лаборатории.

17.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики (ГХ) проводят один раз в месяц или при результатах, вызывающих сомнения при проведении внутрилабораторного контроля. Измерения проводят с использованием одного из градуировочных растворов. Контроль стабильности ГХ допускается проводить по одному—трем определяемым веществам одного из градуировочных растворов по выбору оператора.

ГХ считают стабильной, если для градуировочного раствора, используемого для контроля, сохраняется соотношение

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C}, \quad (6)$$

$$A \le B, \quad (7)$$

где A — величина расхождения;

X — концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см^3;

C — известная концентрация градуировочного раствора вещества, взятая для контроля стабильности ГХ, мг/дм^3;

B — норматив контроля стабильности ГХ, % (B = 10 %, при P = 0,95). Проверяется в середине диапазона концентраций на 3-й, 4-й, 5-й градуировочной точке по выбору оператора.

Если величина расхождения A превышает норматив контроля стабильности B ГХ, делают вывод о невозможности применения ГХ для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности ГХ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново по 8.7.

17.3 Плановый внутрилабораторный оперативный контроль

Плановый внутрилабораторный оперативный контроль выполнения анализа проводят любым методом, например методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию

$$C_д \ge U_{л, \bar{X}} + U_{л, \bar{X}'}, \quad (8)$$

где $\pm U_{л, \bar{X}}$, $\pm U_{л, \bar{X}'}$ — характеристика неопределенности результатов анализа, соответствующая содержанию определяемого вещества в анализируемой пробе образца (расчетному значению содержания определяемого вещества в анализируемой пробе образца с добавкой соответственно), мг/дм^3, при этом

$$U_л = \pm 0{,}84 \cdot U, \quad (9)$$

где U — расширенная неопределенность, мг/дм^3, при коэффициенте охвата k = 2 и вероятности охвата P = 0,95 (см. формулу 3);

[1)] 0,004 мг/дм^3 — предел обнаружения для дибутилфталата, бис(2-этилгексил)фталата.

0,84 — коэффициент пересчета для оценки и уточнения приписанных характеристик погрешности методики анализа при ее реализации в лаборатории.

Значения $U_{л,\bar{X}}$ и $U_{л,\bar{X}'}$ вычисляют по формулам:

$$U_{л,\bar{X}} = 0{,}84 \cdot U(X) \cdot \bar{X} \cdot 0{,}01, \quad (10)$$

$$U_{л,\bar{X}'} = 0{,}84 \cdot U(X) \cdot \bar{X}' \cdot 0{,}01. \quad (11)$$

Контрольный параметр процедуры $K_к$ вычисляют по формуле

$$K_к = \bar{X}' - \bar{X} - C_д, \quad (12)$$

где $\bar{X}'$, $\bar{X}$, $C_д$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по разделу 15) содержания определяемого вещества в водной вытяжке образца с добавкой, анализируемой пробе образца, добавке соответственно, мг/дм^3.

Норматив контроля K вычисляют по формуле

$$K = \sqrt{U^2_{л,\bar{X}'} + U^2_{л,\bar{X}}}. \quad (13)$$

Проводят сопоставление результата контрольного параметра процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Если результат контроля анализа удовлетворяет условию

$$|K_к| \le K, \quad (14)$$

то процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (14) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

17.4 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время проведения анализа, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости R

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le R, \quad (15)$$

где X_1, X_2 — результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/дм^3;

R — предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном массовых концентраций по таблице 5), %.

Приложение А
(справочное)

Схема выпаривателя (материал-стекло Пирекс)

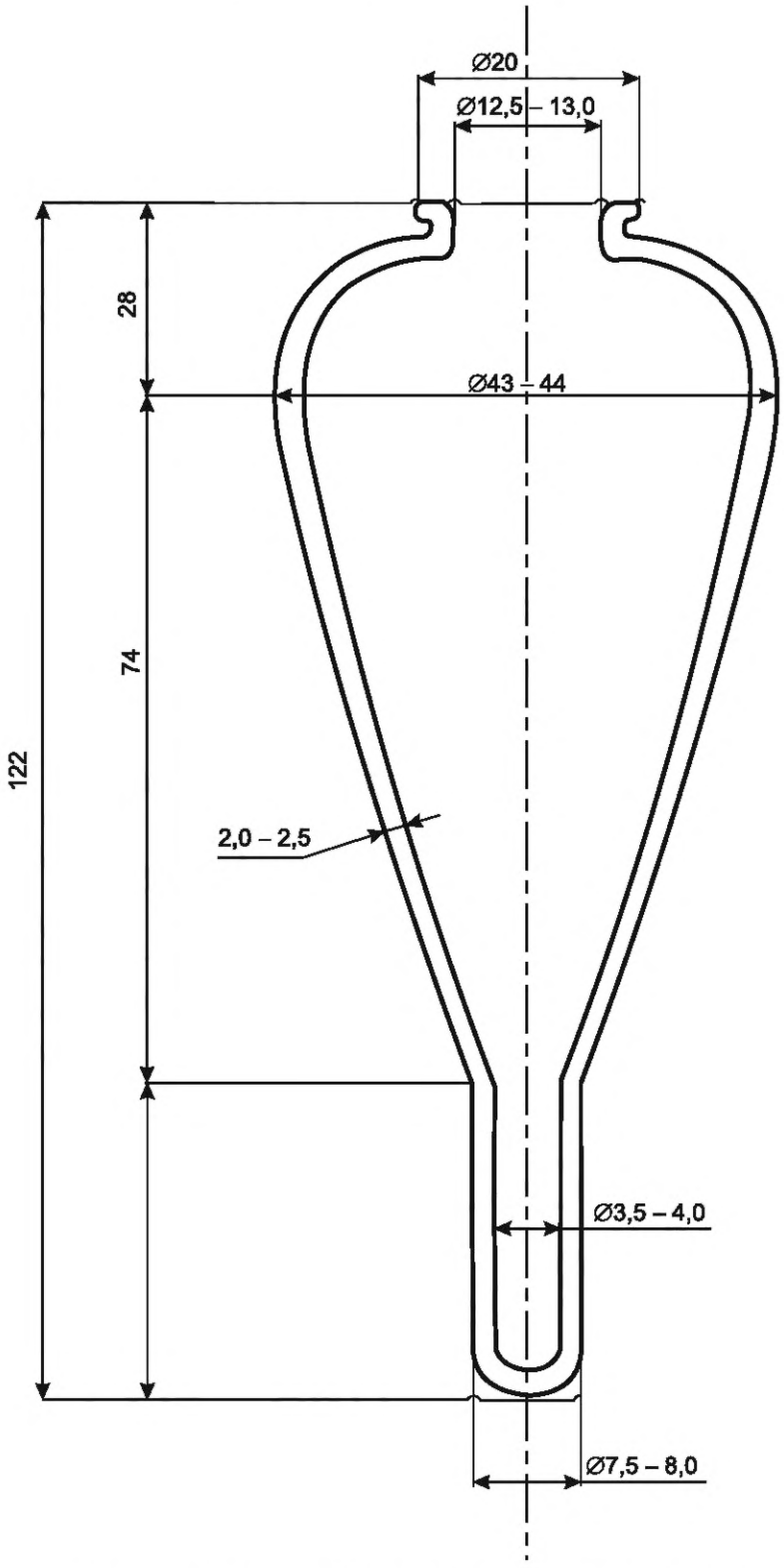

Рисунок А.1 — Схема выпаривателя (материал-стекло Пирекс)

Приложение Б
(справочное)

Физико-химические свойства определяемых веществ

Б.1 Физико-химические свойства определяемых веществ приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Вещество	Формула	Молекулярная масса	$T_{кип}$, °С	Плотность, г/см^3
Диметилфталат	$C_{10}H_{10}O_4$	194,19	282	1,190
Диметилтерефталат	$C_{10}H_{10}O_4$	194,18	288	1,63
Диэтилфталат	$C_{12}H_{14}O_4$	222,24	296	1,118
Дибутилфталат	$C_{16}H_{22}O_4$	278	340	1,047
Бис(2-этилгексил)фталат	$C_{24}H_{38}O_4$	390,57	384	0,984
Диоктилфталат	$C_{24}H_{38}O_4$	390,56	386	0,98

Приложение В
(справочное)

Примеры хроматограмм градуировочных растворов

В.1 Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены на рисунках В.1, В.2.

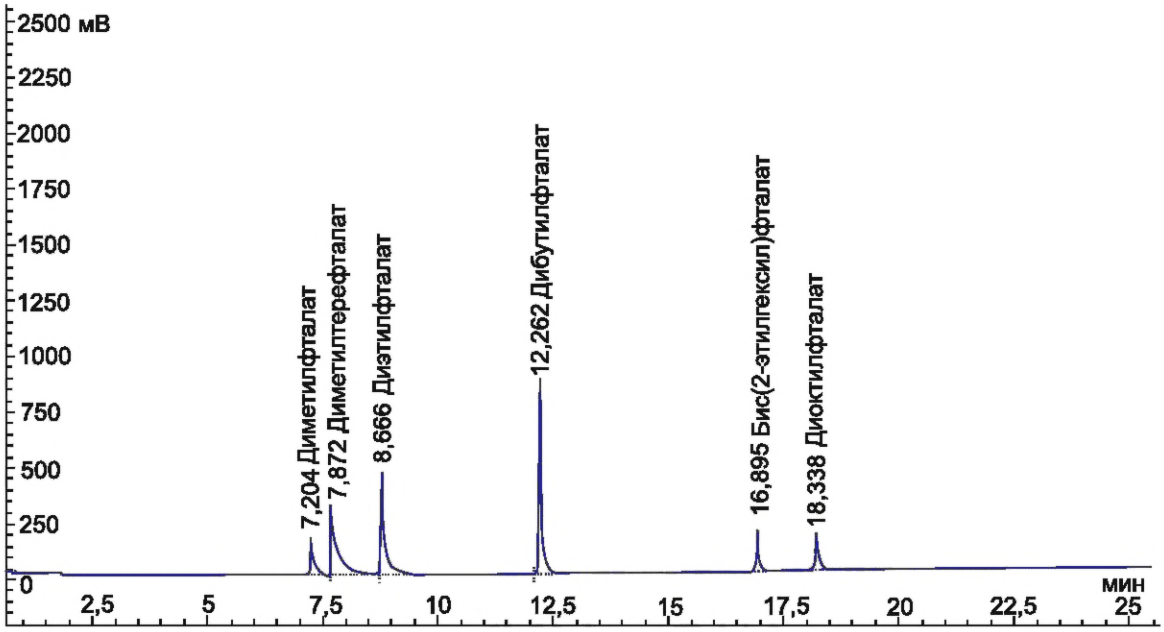

Рисунок В.1 — Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке, покрытой слоем неподвижной фазы: 14 % цианопропилфенилполисилоксана и 86 % диметилполисилоксана

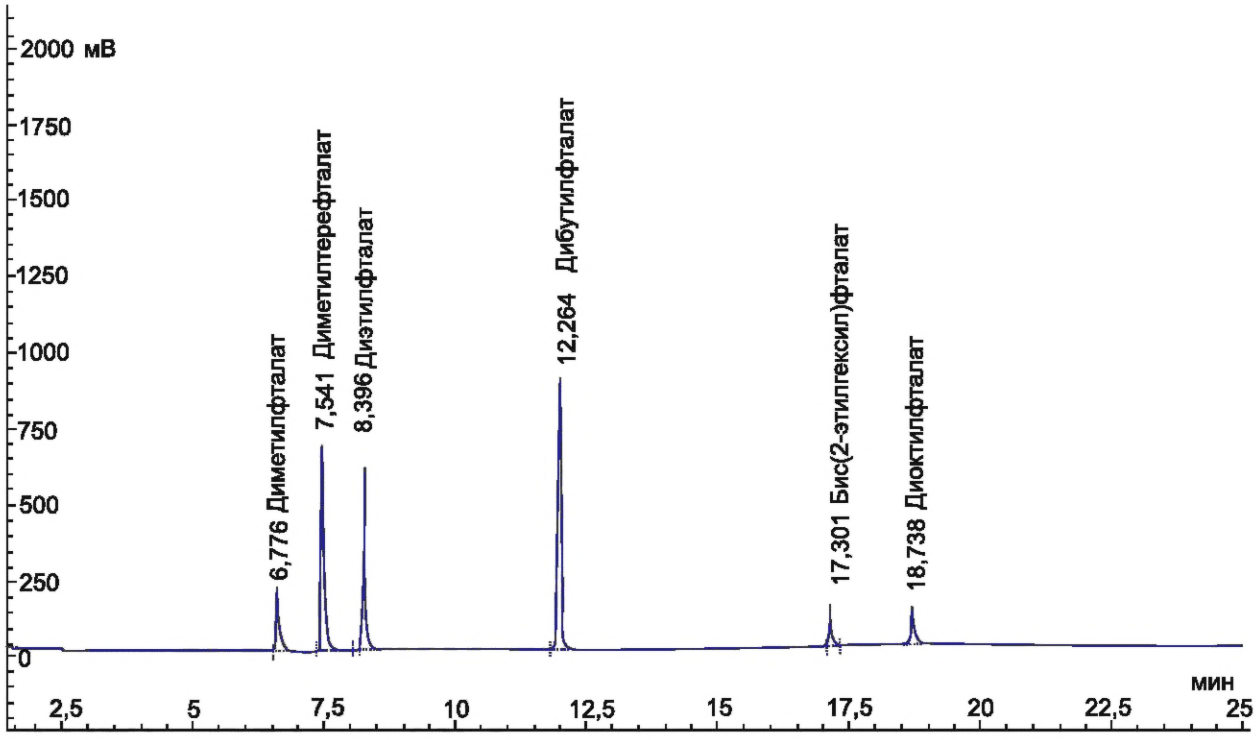

Рисунок В.2 — Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке, покрытой слоем неподвижной фазы: 5 % фенилполисилоксана и 95 % диметилполисилоксана

Приложение Г
(справочное)

Блок-схема проведения анализа



Рисунок Г.1

УДК 543.544.3:006.354

МКС 19.020
71.040.50

Ключевые слова: продукция, дети, подростки, фталаты, дибутилфталат, бис(2-этилгексил)фталат, диметилтерефталат, диэтилфталат, диметилфталат, диоктилфталат, водные вытяжки, газохроматографический метод

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.08.2025. Подписано в печать 22.08.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru