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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 35303— 2025

ИЗДЕЛИЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ

Газохроматографическое определение акрилатов 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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 августа 2025 г. № 900-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35303—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 2
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 4
9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов 7
10 Приготовление водной вытяжки 8
11 Подготовка пробы для анализа 9
12 Выполнение измерений 9
13 Обработка результатов измерений 10
14 Проверка приемлемости результатов параллельных определений 10
15 Требования к показателям точности измерений 10
16 Представление результатов измерений 11
17 Контроль качества результатов измерений 11
Приложение А (справочное) Физико-химические свойства определяемых веществ 13
Приложение Б (справочное) Примеры хроматограмм градуировочных растворов 14
Приложение В (справочное) Блок-схема проведения анализа 16

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

ИЗДЕЛИЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ

Газохроматографическое определение акрилатов в водных вытяжках из материалов различного состава

Products for children. Gas chromatographic determination of acrylates in aqueous extracts from materials of various compositions

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод капиллярной газовой хроматографии для определения содержания метилакрилата, этилакрилата, метилметакрилата, изобутилакрилата, бутилакрилата, бутилметакрилата в водных вытяжках из материалов различного состава, используемых для изготовления игрушек, продукции для детей и подростков в диапазоне массовых концентраций от 0,01 до 0,60 мг/дм^3 включительно.

При концентрациях веществ свыше 0,60 мг/дм^3 требуется разбавление пробы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004* 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

ГОСТ 6709** Вода дистиллированная. Технические условия

---

* 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.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

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* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6** 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 летучих органических соединений (ЛОС) из водных вытяжек при нагревании пробы в герметично укупоренном флаконе и последующем газохроматографическом анализе равновесной паровой фазы на двух параллельных кварцевых капиллярных колонках, идентификации веществ по их временам удерживания и количественному определению методом абсолютной градуировки с помощью пламенно-ионизационных детекторов.

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

Таблица 1

Наименование вещества	Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм^3
Метилакрилат	0,01—0,60
Этилакрилат	
Метилметакрилат	
Изобутилакрилат	
Бутилакрилат	
Бутилметакрилат	

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет ориентировочно 35 мин.

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;

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

- 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*.

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, 100, 250 мм^3.

Весы лабораторные аналитические по ГОСТ OIML R 76-1 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допустимой погрешности ±0,0005 г.

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

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 29227.

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

Колбы мерные с притертыми пробками по ГОСТ 1770 вместимостью 50, ±200 см^3, 2-го класса точности.

---

* 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.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770.

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

Флаконы стеклянные вместимостью 20 $см^3$ для парофазного анализа в комплекте с обжимными или винтовыми крышками, с прокладками для парофазных флаконов.

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

Дозатор равновесного пара (ДРП) из комплекта хроматографа.

Фильтр из комплекта хроматографа для очистки газовых потоков, питающих хроматограф, с расходом очищаемого воздуха не более 600 $см^3$/мин.

Колонка кварцевая капиллярная № 1 длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы — полиэтиленгликоль ПЭГ — 20 000, толщиной 1,0 мкм.

Колонка кварцевая капиллярная № 2 длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы: 6 % цианопропилфенилполисилоксана и 94 % диметилполисилоксана, толщиной 3,0 мкм.

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

Y-коннектор универсальный для соединения капиллярных колонок с внешним диаметром от 0,25 до 0,53 мм.

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

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

7.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Метилакрилат с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч. или метилакрилат аналитический стандарт 2000 мкг/мл в метаноле.

Метилметакрилат с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч. или метилметакрилат аналитический стандарт 2000 мкг/мл в метаноле.

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

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

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

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

Спирт метиловый по ГОСТ 6995, х. ч., для хроматографии.

Гелий газообразный (сжатый), в т. 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 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 230 °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 и дозатора равновесного пара

8.2.1 Подготовку хроматографа и дозатора равновесного пара проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

8.2.2 Хроматограф и дозатор выводят на рабочий режим при следующих условиях:

- время термостатирования флакона с пробой . . . . . .30 мин;
- температура термостата флакона с пробой . . . . . .80 °С;
- время наддува флакона . . . . . .5 мин;
- избыточное давление во флаконе (давление наддува) . . . . . .0,07 МПа;
- температура крана-дозатора. . . . . .135 °С;
- время отбора пробы. . . . . .10—12 с;
- объем вводимой дозы равновесного пара . . . . . .2,0 $см^3$.

8.2.3 Ориентировочные условия проведения газохроматографического анализа:

- температура детектора (ПИД). . . . . .250—270 °С;
- температура испарителя . . . . . .250 °С.

8.2.4 Условия для капиллярных колонок:

- температура первого изотермического участка. . . . . .45 °С;
- длительность первого изотермического участка . . . . . .7 мин;
- скорость программирования температуры . . . . . .5 °С/мин;
- температура второго изотермического участка. . . . . .160 °С;
- длительность второго изотермического участка . . . . . .0 мин;
- скорость программирования температуры . . . . . .20 °С/мин;
- температура третьего изотермического участка . . . . . .210 °С;
- длительность третьего изотермического участка . . . . . .3 мин;
- линейная скорость газа-носителя (гелия) . . . . . .70 см/с;
- давление на входе в капиллярную колонку . . . . . .52,6 кПа;
- сброс газа-носителя . . . . . .8 $см^3$/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 . . . . . .35 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 ополаскивания дистиллированной водой посуду сушат в сушильном шкафу. 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 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 аналогичными или улучшенными техническими характеристиками.

8.5 Проверка чистоты газового тракта дозатора равновесного пара, хроматографа, посуды и дистиллированной воды

Для проверки чистоты дистиллированной воды, посуды и газохроматографической системы 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, проводят повторный анализ.

8.6 Приготовление градуировочных растворов

8.6.1 Приготовление градуировочных растворов проводят весовым или объемным способами. 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. Физико-химические свойства определяемых веществ приведены в приложении А.

8.6.1.1 Приготовление исходного градуировочного раствора

Исходный раствор метилакрилата, метилметакрилата, этилакрилата, изобутилакрилата, бутилакрилата, бутилметакрилата (c = 2 мг/см^3): по (100 ± 0,1) мг метилакрилата, метилметакрилата, этилакрилата, изобутилакрилата, бутилакрилата, бутилметакрилата вносят в одну мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят уровень метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Срок хранения исходного раствора — не более 6 мес при температуре 4 °С — 8 °С в защищенном от света месте.

В качестве исходного раствора допускается использовать готовый аналитический стандарт с концентрацией 2 мг/см^3. Срок хранения — в соответствии с паспортом изготовителя.

При повторном использовании приготовленные растворы выдерживают при комнатной температуре 1 ч и перемешивают.

8.6.1.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 в соответствии с таблицей 2 вносят с помощью микрошприцов исходный раствор, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно 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 вещества в воде, мг/дм^3
1	1,0	0,01
2	2,0	0,02
3	5,0	0,05
4	10,0	0,10
5	30,0	0,30
6	60,0	0,60

Срок хранения градуировочных растворов — не более 1 сут при температуре 4 °С — 8 °С.

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

Для количественного определения веществ применяют метод абсолютной градуировки, который связывает площадь пика на хроматограмме, полученной в результате дозирования в хроматограф равновесного пара искомого соединения, с массовой концентрацией определяемого вещества в анализируемом водном растворе.

Условия выполнения измерений содержания веществ в водной вытяжке и в градуировочных растворах должны быть одинаковы.

По 10 $см^3$ каждого градуировочного раствора помещают в стеклянный флакон, герметично закрывают специальной крышкой из комплекта ДРП или обжимным алюминиевым колпачком, помещают флакон в термостат ДРП на 30 мин.

По окончании времени термостатирования запускают «Старт» методики в соответствии с инструкцией по эксплуатации газохроматографического комплекса. Хроматограф переходит на этап работы «Анализ», который длится оринтировочно 35 мин.

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

9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов

По окончании этапа «Анализ» проводят идентификацию веществ на двух каналах детекторов. Это необходимо для более надежной и достоверной идентификации при анализе многокомпонентных проб, когда одного параметра (времени удерживания вещества на одной колонке) недостаточно. Для проведения идентификации веществ на двух каналах создают вещества с одинаковым наименованием на каждом канале детектора.

Идентификацию каждого 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:

- времена удерживания веществ необходимо указывать максимально точно (три знака после запятой). Окна поиска должны быть небольшие (3 % или менее) с целью минимизации временных областей поиска, в которых возможно присутствие двух или более веществ;

- статус «Основной» для вещества 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 соответствии с составом 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 вещества, полученного 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 3. При этом необходимо внимательно следить за тем, чтобы площади пиков, соответствующие одному веществу на разных каналах, были близки друг к другу.

Таблица 3 — Ориентировочное время удерживания и порядок выхода веществ на двух параллельных капиллярных колонках

Колонка № 1		Колонка № 2	
Наименование вещества	Время удерживания, мин	Наименование вещества	Время удерживания, мин
Метилакрилат	9,465	Метилакрилат	12,378
Этилакрилат	11,282	Этилакрилат	16,163
Метилметакрилат	11,726	Метилметакрилат	16,754
Изобутилакрилат	15,553	Изобутилакрилат	20,895
Бутилакрилат	17,650	Бутилакрилат	24,471
Бутилметакрилат	19,276	Бутилметакрилат	27,477

Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены в приложении Б.

10 Приготовление водной вытяжки

10.1 Подготовка проб образцов материалов и изделий

До проведения анализа все образцы материалов и изделий выдерживают в открытом виде (без упаковки) при комнатной температуре и естественном воздухообмене не менее 24 ч, игры и игрушки — не менее 48 ч.

Образцы материалов и изделий из полимерных материалов тщательно промывают теплой водой (без применения моющих средств), прополаскивают дистиллированной водой и высушивают при комнатной температуре.

10.2 Условия моделирования

Приготовление водных вытяжек из проб образцов материалов (изделий) или из изделия целиком, или путем заполнения дистиллированной водой до номинального объема изделия (по объему) проводят при определенной экспозиции, температурном режиме и отношении площади, выраженной в $см^2$, массы образца, выраженной в г, к объему модельной среды, выраженному в $см^3$.

10.2.1 Посуда и столовые приборы

10.2.1.1 Образец целиком замачивают при соотношении площади поверхности изделия, выраженной в $см^2$, к объему дистиллированной воды, выраженному в $см^3$, 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.

10.2.1.2 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.

10.2.1.3 Температурные режимы:

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

10.2.2 Санитарно-гигиенические и галантерейные изделия из полимерных материалов

Образец целиком замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия, выраженной в $см^2$, к объему модельной среды, выраженному в $см^3$, 1 : 2 или 1 г на 10 $см^3$ при

сложных конфигурациях или невозможности подсчитать их площадь. Затем помещают в закрытой емкости в термостат при температуре (37 ± 2) °С и выдерживают 3 ч.

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

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

10.2.4 Изделия 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.

10.2.5 Коляски, велосипеды

В велосипедах анализируют детали, имеющие непосредственный контакт с кожей ребенка (ручки руля, седло).

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, выраженной в $см^2$, к объему воды, выраженному в $см^3$, 1 : 2. Закрытые емкости с пробами выдерживают в термостате 3 ч при температуре (37 ± 2) °С.

Ручки руля, седло велосипеда замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия, выраженной в $см^2$, к объему модельной среды, выраженному в $см^3$, 1 : 2 или 1 г на 10 $см^3$ при сложных конфигурациях или невозможности подсчитать их площадь. Затем помещают в закрытые емкости в термостат при температуре (40 ± 2) °С и выдерживают 3 ч.

10.2.6 Школьно-письменные принадлежности

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

10.2.7 Игры и игрушки

Пробу образца игрушки или всю игрушку помещают в закрытую емкость с дистиллированной водой при соотношении площади поверхности изделия, выраженного в $см^2$, к объему модельной среды, выраженному в $см^3$, 1 : 2 или 1 г на 10 $см^3$ при сложных конфигурациях или невозможности подсчитать их площадь. Затем помещают закрытую емкость в термостат при температуре (37 ± 2) °С на 3 ч; игрушки для игр на воде — при температуре (22 ± 2) °С на 3 ч.

11 Подготовка пробы для анализа

Минимальный объем водной вытяжки из образца, приготовленной по 10.2, — 20 $см^3$.

При отсутствии возможности немедленного газохроматографического анализа водную вытяжку из образца хранят в стеклянной емкости с притертой пробкой, заполненной под пробку, в защищенном от света прохладном месте, удалив образец.

Срок хранения водной вытяжки — не более 1 сут при температуре 4 °С — 8 °С в защищенном от света месте. Если водную вытяжку хранили в холодильнике, то перед анализом ее следует выдержать 1 ч при комнатной температуре.

12 Выполнение измерений

После выхода хроматографа и дозатора равновесного пара на режим, 10 $см^3$ водной вытяжки помещают во флакон и проводят все необходимые операции по 8.7. По окончании времени термостатирования проводят анализ в условиях, приведенных в 8.2. По окончании хроматографического анализа проводят определение времен удерживания, вычисление площадей пиков, идентификацию и количественный расчет обнаруженных соединений.

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

Блок-схема проведения анализа приведена в приложении В.

13 Обработка результатов измерений

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

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

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (1)$$

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 0,01 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

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

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

r — значение предела повторяемости, % (см. таблицу 4).

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 должна превышать значений, приведенных в таблице 4, для соответствующих диапазонов массовых концентраций.

Таблица 4 — 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, %
Метилакрилат	0,01—0,60	25	4	11,1	15,5
Этилакрилат		22	2	5,5	7,8
Метилметакрилат		25	4	11,1	15,5
Изобутилакрилат		20	2	5,5	7,8
Бутилакрилат		25	3	8,3	11,6
Бутилметакрилат		22	2	5,5	7,8

16 Представление результатов измерений

Результат анализа представляют в виде

$$(\overline{X} \pm U),\ мг/дм^3,\ k = 2,\ P = 0{,}95, \quad (3)$$

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 U измерений массовой концентрации определяемого вещества в абсолютном виде вычисляют по формуле

$$U = U(X) \cdot \overline{X} \cdot 0{,}01, \quad (4)$$

где $U(X)$ — относительная расширенная неопределенность, %, измерений массовых концентраций определяемых веществ, которая не должна превышать значений, указанных в таблице 4;

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: «содержание вещества в пробе менее 0,01 мг/дм^3».*

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 контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур (с использованием метода добавок, образцов для контроля и т. п.), а также процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют 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 на одном из градуировочных растворов по выбору оператора (середина градуировочного диапазона 3-5 точек). Контроль стабильности градуировочной характеристики допускается проводить по одному-трем определяемым веществам одного из градуировочных растворов по выбору оператора.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для градуировочного раствора, используемого для контроля, сохраняется соотношение

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C}, \quad (5)$$

$$A \le B, \quad (6)$$

где A — величина расхождения;

X — концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мг/дм^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).

Если величина расхождения A превышает норматив контроля стабильности 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.

---

* 0,01 мг/дм^3 — предел обнаружения для определяемых веществ.

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

$$C_д \geq U_{л,\overline{X}} + U_{л,\overline{X'}}, \quad (7)$$

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

$$U_л = \pm 0{,}84 \cdot U, \quad (8)$$

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

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

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

$$U_{л,\overline{X}} = 0{,}84 \cdot U(X) \cdot \overline{X} \cdot 0{,}01, \quad (9)$$

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

Контрольный параметр процедуры $К_к$ вычисляют по формуле

$$К_к = \overline{X'} - \overline{X} - C_д, \quad (11)$$

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$, $C_д$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по разделу 15) содержания вещества в образце с добавкой, анализируемом образце, добавке соответственно, мг/дм^3.

Норматив контроля К вычисляют по формуле

$$К = \sqrt{U^2_{л,\overline{X'}} + U^2_{л,\overline{X}}}. \quad (12)$$

Проводят сопоставление результата контрольного параметра процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

Если результат контроля анализа удовлетворяет условию

$$|К_к| \leq К, \quad (13)$$

то процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (13) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (13) 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

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \quad (14)$$

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 4), %.

Приложение А
(справочное)

Физико-химические свойства определяемых веществ

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

Таблица А.1

Вещество	Формула	Молекулярная масса	$T_{кип.}$, °С	Плотность, г/см^3
Метилакрилат	$C_4H_6O_2$	86,09	80,5	0,9500
Этилакрилат	$C_5H_8O_2$	100,12	99,0	0,9180
Метилметакрилат	$C_7H_7O_2$	100,11	100,6	0,9400
Изобутилакрилат	$C_7H_{12}O_2$	128,70	132,0	0,8900
Бутилакрилат	$C_7H_{12}O_2$	128,17	147,4	0,9100
Бутилметакрилат	$C_8H_{14}O_2$	142,20	163,0	0,8900

Приложение Б
(справочное)

Примеры хроматограмм градуировочных растворов

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

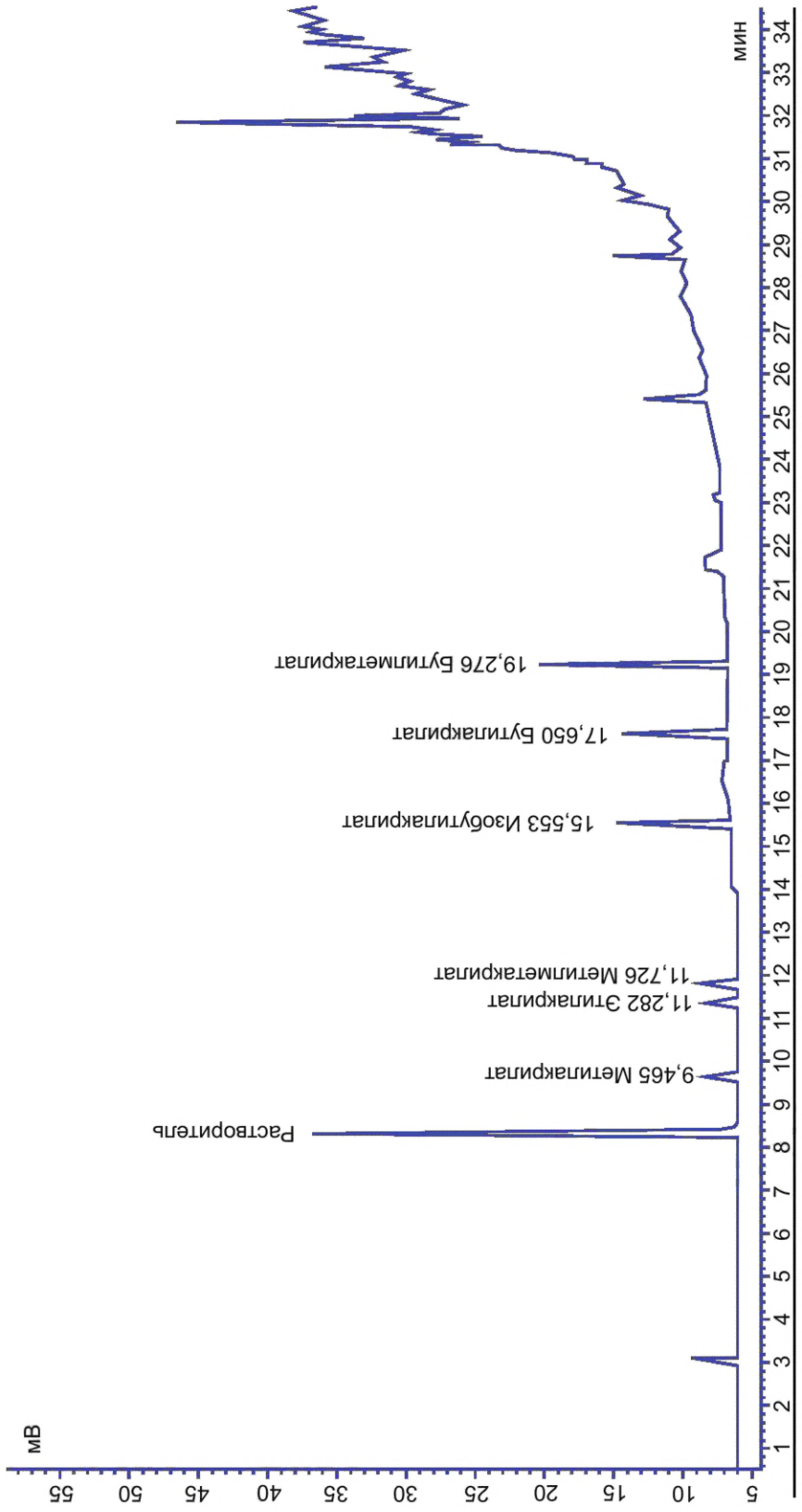

Рисунок Б.1 — Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы — полиэтиленгликоля 20 000, толщиной 1,0 мкм

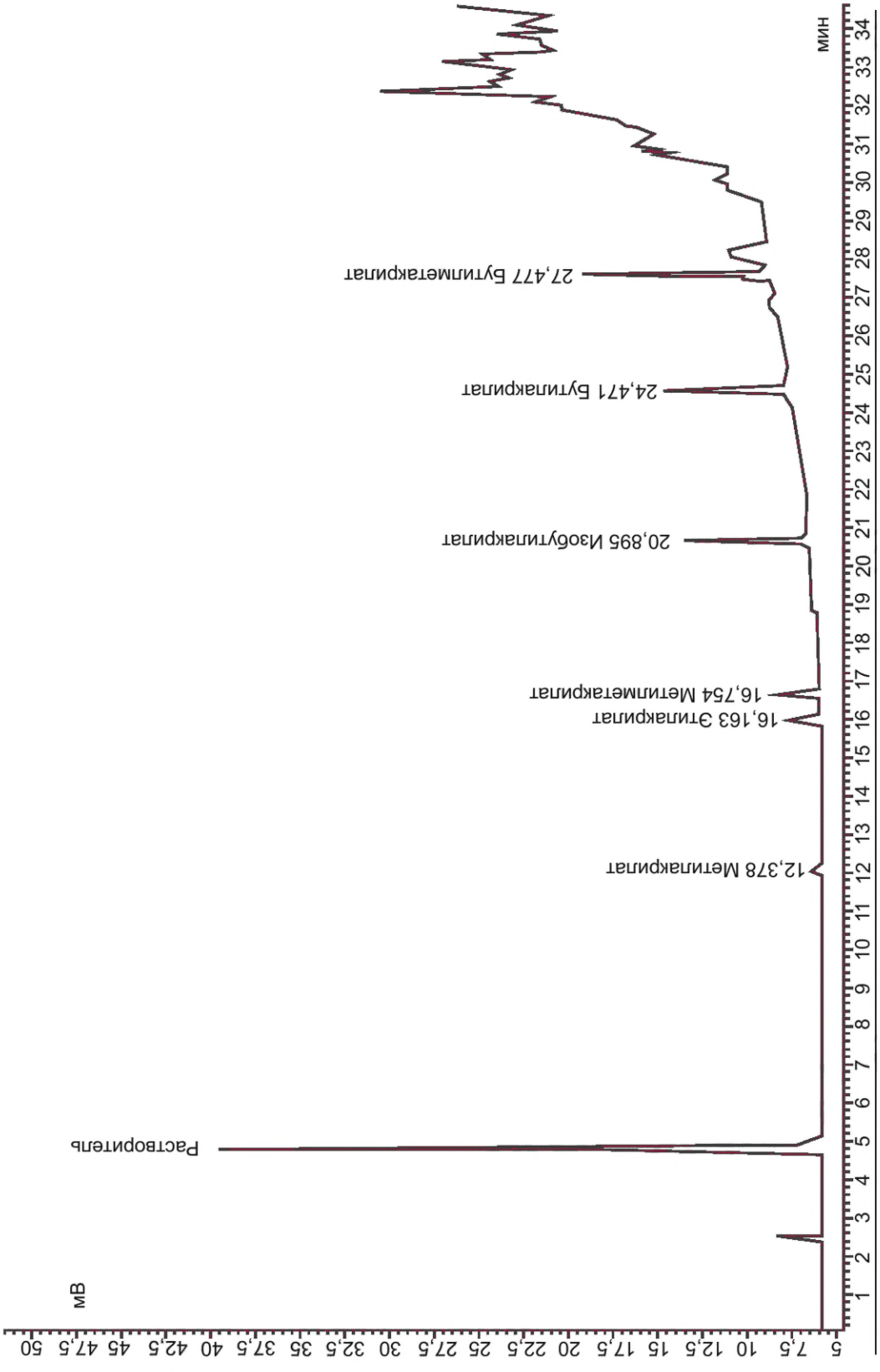

Рисунок Б.2 — Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы — 6 % цианопропилфенила и 94 % диметилполисилоксана, толщиной 3,0 мкм

Приложение В
(справочное)

Блок-схема проведения анализа

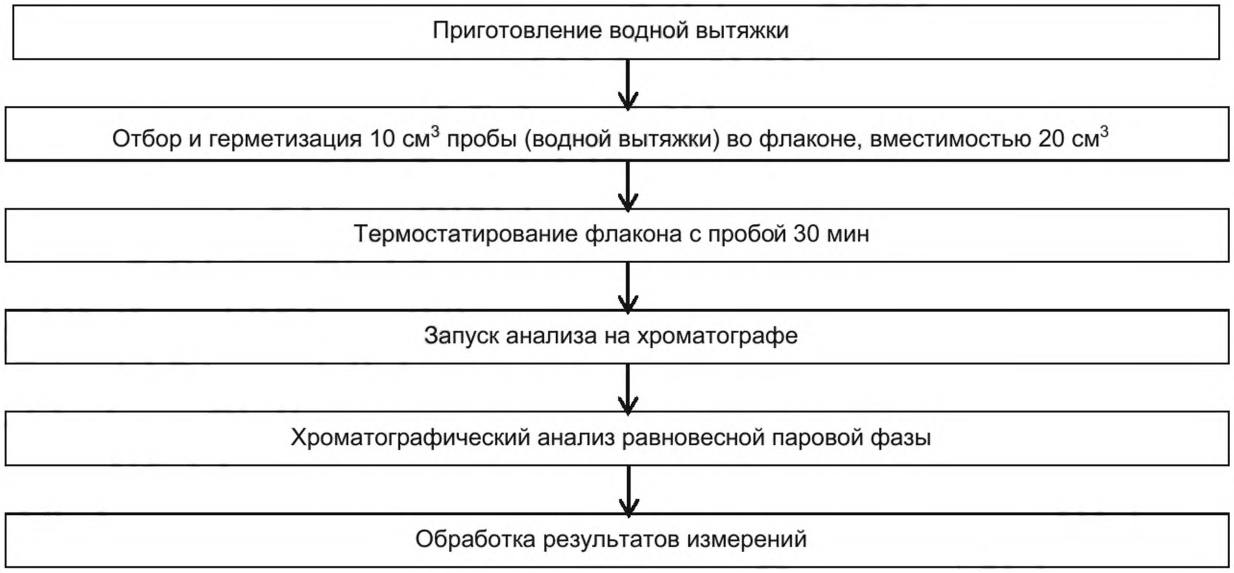

Рисунок В.1

УДК 543.544.3:006.354

МКС 13.120
19.020

Ключевые слова: метилакрилат, этилакрилат, метилметакрилат, изобутилакрилат, бутилакрилат, бутилметакрилат, водные вытяжки, газохроматографический метод

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.08.2025. Подписано в печать 29.08.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,97.

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

gost.e-ecolog.ru