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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 35306.11— 2025 (EN 71-11:2005)

БЕЗОПАСНОСТЬ ИГРУШЕК

Часть 11

Методы анализа органических соединений

(EN 71-11:2005, Safety of toys — Part 11: Organic chemical compounds — Methods of analysis, MOD)

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 ПОДГОТОВЛЕН Ассоциацией предприятий индустрии детских товаров «АИДТ» (Ассоциация «АИДТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом 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 14 августа 2025 г. № 885-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35306.11—2025 (EN 71-11:2005) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2026 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к европейскому стандарту ЕН 71-11:2005 «Безопасность игрушек. Часть 11. Органические химические соединения. Методы анализа» («Safety of toys — Part 11: Organic chemical compounds — Methods of analysis», MOD) путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом, а также путем изменения его структуры для приведения в соответствие с правилами, установленными в ГОСТ 1.5 (подразделы 4.2 и 4.3).

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

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов европейским стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном европейском стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ

6 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 Термины и определения 2
4 Требования безопасности и охраны окружающей среды 2
5 Аналитические методы 3
Приложение А (справочное) Метод анализа летучих растворителей 33
Приложение *В* (справочное) Красители. Конформационный анализ 45
Приложение *С* (справочное) *Классификация химических реактивов, принятая в других странах* . . 46
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов европейским стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном европейском стандарте 49
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем европейского стандарта 50

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

БЕЗОПАСНОСТЬ ИГРУШЕК

Часть 11

Методы анализа органических соединений

Safety of toys.
Part 11. Methods of analysis organic compounds

Дата введения — 2026—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы анализа органических соединений в игрушках и материалах игрушек, полученных в соответствии с процедурами отбора проб, указанными в *ГОСТ 35306.10*, с целью оценки соответствия требованиям, установленным в *ГОСТ 35305.*

Настоящий стандарт устанавливает аналитические методы для качественного и количественного определения следующих групп органических веществ:

- антипирены (огнезащитный состав);
- биоциды (консерванты для древесины);
- красители;
- первичные ароматические амины;
- нелетучие мономеры и растворители;
- летучие мономеры и растворители;
- антисептики для древесины;
- консерванты;
- пластификаторы (за исключением фталатных пластификаторов).

Примечания

1 Методы для качественного и количественного определения формальдегида в доступных текстильных компонентах игрушек, доступных бумажных компонентах и деревянных деталях игрушек, скрепленных смолой, изложены в *ГОСТ 35305.*

2 Метод определения свободного формальдегида в качестве консерванта указан в *ГОСТ 35306.10.*

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

* *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 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочего диапазона

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 6709 Вода дистиллированная. Технические условия*

ГОСТ 13867 Продукты химические. Обозначение чистоты

ГОСТ 35305—2025 (EN 71-9:2005) Безопасность игрушек. Содержание и уровни миграции органических соединений. Общие технические требования

ГОСТ 35306.10—2025 (EN 71-10—2005) Безопасность игрушек. Часть 10. Подготовка и отбор проб для определения содержания и уровней миграции органических соединений

ГОСТ ISO 16000-6 Воздух замкнутых помещений. Часть 6. Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД/ПИД

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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **предел рабочей области:** Достигнутый предел количественного определения конкретного соединения с помощью заданного метода анализа.

3.2 **экстракт (водная вытяжка):** Жидкость, полученная после извлечения из материала игрушки.

Примечание — Процедуру извлечения осуществляют в соответствии с процедурой, указанной в *ГОСТ 35306.10—2025* (раздел 6).

3.3 **анализируемый образец (проба):** Часть лабораторной пробы, подготовленной для анализа.

3.4 **материал игрушки:** Материал, из которого изготовлены игрушка и детали игрушек.

4 Требования безопасности и охраны окружающей среды

При проведении измерений необходимо соблюдать 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;

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

- содержание вредных веществ в воздухе рабочего диапазона 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 Соглашением государств, принявших настоящий стандарт.

5 Аналитические методы

5.1 Общие сведения

Все используемые химические вещества должны быть аналитической чистоты. Характеристика подгрупп чистоты — по *ГОСТ 13867* и приложению *С*.

Дистиллированная вода — по *ГОСТ 6709*.

Точность измерительных стеклянных приборов должна быть не ниже 2-го класса точности.

Стабильность стандартных исходных растворов, рабочих и калибровочных растворов следует регулярно проверять. Растворы должны быть стабильны в течение 6 мес при хранении в темноте при температуре (4 ± 2) °С.

Анализ игрушек и материалов игрушек на предмет химических компонентов, предельные значения которых указаны в *ГОСТ 35305—2025* (таблицы 2—11), должен быть выполнен в соответствии с процедурами отбора проб, указанными в *ГОСТ 35306.10*, и аналитическими методами, описанными в настоящем стандарте. Альтернативные аналитические методы приемлемы только в том случае, если они могут обеспечить, по крайней мере, такие же точность и прецизионность, как методы, описанные в настоящем стандарте.

5.2 Антипирены

Примечание — Методы анализа для пентабромдифенилового эфира и октабромдифенилового эфира приведены для того, чтобы можно было доказать соответствие требованиям по текстильным материалам для игрушек.

5.2.1 Сущность метода

Анализ антипиренов в ацетонитрильных экстрактах из материалов игрушек проводят методом жидкостной (см. 5.2.3) и газовой хроматографии (см. *5.2.6*).

5.2.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.2.2.1 Реактивы

5.2.2.1.1 Пентабромдифениловый эфир (пентабромдифенилоксид), CAS 32534-81-9.

5.2.2.1.2 Октабромдифениловый эфир (октабромдифенилоксид), CAS 32536-52-0.

5.2.2.1.3 *о*-трикрезилфосфат (тритолиловый эфир фосфорной кислоты), CAS 78-30-8.

5.2.2.1.4 Трис-(2-хлорэтил)фосфат [трис-(2-хлорэтиловый эфир фосфорной кислоты)], CAS 115-96-8.

5.2.2.2 Реагенты и растворители

5.2.2.2.1 Ацетонитрил, CAS 75-05-8, 99,9 %.

5.2.2.2.2 Дихлорметан.

5.2.2.2.3 Ацетат аммония безводный.

5.2.2.2.4 Уксусная кислота ледяная, х. ч.

5.2.2.2.5 Ацетат аммония, водный раствор молярной концентрации 10 ммоль/л, pH 3,6.

Помещают (0,77 ± 0,01) г ацетата аммония (см. 5.2.2.2.3) в мерную колбу вместимостью 1000 мл и добавляют 980 мл воды. Значение pH доводят до (3,6 ± 0,1) pH ледяной уксусной кислотой. Объем доводят до метки водой.

5.2.2.2.6 Толуол, не менее 99,5 %.

5.2.2.2.7 Гелий [степень чистоты не ниже 99,999 % (по объему)].

5.2.2.3 Стандартный исходный раствор (100 мг/л)

Для каждого антипирена (см. 5.2.2.1) в мерной колбе вместимостью 100 мл взвешивают (10 ± 1) мг с погрешностью не более 0,1 мг. Затем добавляют 25 мл ацетонитрила (см. 5.2.2.2.1) и тщательно перемешивают до растворения. Для обеспечения полного растворения мерную колбу необходимо поместить в ультразвуковую ванну на 10 мин. Объем доводят до метки водой.

5.2.2.4 Стандартный исходный раствор (50 мг/л)

Для каждого антипирена (см. 5.2.2.1) в мерной колбе вместимостью 100 мл взвешивают (5 ± 1) мг с погрешностью не более 0,1 мг. Затем добавляют 25 мл толуола (см. 5.2.2.2.6) и тщательно перемешивают до растворения. Для обеспечения полного растворения мерную колбу необходимо поместить в ультразвуковую ванну на 10 мин. Объем доводят до метки толуолом.

5.2.2.5 Вспомогательное оборудование

Ванна ультразвуковая.

Колбы мерные.

Пипетки калиброванные.

5.2.3 Метод жидкостной хроматографии

5.2.3.1 Средства измерений

Хроматограф жидкостный с диодной матрицей (ДМ) и масс-селективным детектором (МСД).

Колонка: С18, 80 Å, 3,5 мкм, колонка с двойными крышками размерами 2,1 × 150 мм.

Колонка предохранительная: С18, 80 Å размерами 4 × 2,0 мм.

Фаза подвижная А: раствор ацетата аммония молярной концентрации 10 ммоль/л, pH 3,6 (см. 5.2.2.2.5).

Фаза подвижная Б: ацетонитрил.

Программа градиентная: см. таблицу 1.

Объем инъекции: 5 мкл.

Продолжительность: 45 мин.

Скорость потока: 0,3 мл/мин.

Диапазон: от 200 до 800 нм.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

Таблица 1 — Градиентная программа

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза В, %
0	60	40
7	40	60
17	2	98
35	2	98
45	60	40

5.2.4 Выполнение измерений

5.2.4.1 Калибровочные растворы

Из стандартного исходного раствора (см. 5.2.2.3) получают серию смешанных калибровочных растворов антипирена в ацетонитриле концентрацией 1,0; 2,0; 4,0 и 8,0 мг/л (см. *таблицу 2*).

Таблица 2 — Схема приготовления калибровочных растворов

Номер калибровочного раствора	*Стандартный исходный раствор (100 мг/л)*
Калибровочный раствор № 1 — 1,0 мг/л	*1 мл исходного раствора на 100 мл ацетонитрила*
Калибровочный раствор № 2 — 2,0 мг/л	*1 мл исходного раствора на 50 мл ацетонитрила*
Калибровочный раствор № 3 — 4,0 мг/л	*4 мл исходного раствора на 100 мл ацетонитрила*
Калибровочный раствор № 4 — 8,0 мг/л	*4 мл исходного раствора на 50 мл ацетонитрила*

5.2.4.2 Определение антипирена

Жидкостно-хроматографическое определение проводят в условиях, описанных в 5.2.3. Калибровочные растворы (см. 5.2.4.1) и экстракт, полученный по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.1.1), должны быть введены микрошприцем.

5.2.5 Вычисление концентрации антипирена

Концентрацию антипирена в ацетонитрильном экстракте необходимо определять по калибровочной кривой, построенной с использованием калибровочных растворов.

Концентрацию антипирена в образце $C_{ант.обр}$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$C_{ант.обр} = \frac{C_{экст}}{A} \cdot 10, \quad (1)$$

где $C_{экст}$ — концентрация антипирена в ацетонитрильном экстракте, мг/л;

A — масса анализируемого образца по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.1.1), г;

10 — коэффициент разбавления.

5.2.6 Метод газовой хроматографии с масс-селективным детектором

5.2.6.1 Средства измерений

Для анализа используют газовый хроматограф с капиллярной колонкой, подсоединенный к МСД (ионизация электронов, EI). С помощью МСД, верхний диапазон массы которого составляет не менее 1000 m/z, можно проводить выборочный ионный мониторинг. Для обеспечения повторяемости рекомендуется использовать автоматический пробоотборник.

Колонка длиной 15 м обладает достаточной эффективностью разделения для следующих компонентов:

a) газохроматографическая колонка: неполярная (фениларилeновый полимер, эквивалентный 5 %-ному фенилметилполисилоксану), длина — 15 м; внутренний диаметр — 0,25 мм; толщина пленки — 0,1 мкм. Высокотемпературная колонка (максимум 400 °C) рекомендована к использованию для указанных газохроматографических условий в методе.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных;

b) вкладыш инжектора: одиночный нижний конусный стеклянный вкладыш 4 мм со стекловатой на днище (деактивированной);

c) носитель: гелий, 1,0 мл/мин, постоянный расход;

d) программа термостатирования колонок: 110 °C на 2 мин, 40 °C/мин линейное повышение до температуры 200 °C; 10 °C/мин линейное повышение до температуры 260 °C; 10 °C/мин линейное повышение до температуры 340 °C на 2 мин;

e) линия перекачки: 300 °C, прямая;

f) температура ионного источника: 230 °C;

g) метод ионизации: ионизация электронами (EI), 70 эВ;

h) время выдержки: 80 мс.

5.2.6.2 Общие инструкции по проведению анализа

Необходимо соблюдать следующие общие инструкции: для нивелирования влияния мешающих компонентов необходимо обеспечить стерильность всей стеклянной лабораторной посуды и приборов (исключая мерные колбы).

Следует использовать посуду и приборы, изготовленные из темного стекла. Если посуда из темного стекла отсутствует, для защиты от воздействия света можно применять алюминиевую фольгу.

5.2.6.3 Исходные растворы

Необходимо приготовить следующие исходные растворы: из стандартного исходного раствора (см. 5.2.2.4) получают серию смешанных калибровочных растворов антипиренов в толуоле с концентрацией 1,0; 2,0; 4,0 и 8,0 мг/л (см. таблицу 3).

Таблица 3 — Схема приготовления калибровочных растворов

Номер калибровочного раствора	*Стандартный исходный раствор (50 мг/л)*
Калибровочный раствор № 1 — 1,0 мг/л	*1 мл исходного раствора на 50 мл толуола*
Калибровочный раствор № 2 — 2,0 мг/л	*2 мл исходного раствора на 50 мл толуола*
Калибровочный раствор № 3 — 4,0 мг/л	*4 мл исходного раствора на 50 мл толуола*
Калибровочный раствор № 4 — 8,0 мг/л	*8 мл исходного раствора на 50 мл толуола*

5.2.6.4 Вычисление концентрации антипирена

Количественное определение или квантификацию образцов с использованием калибровочной кривой проводят с помощью программного обеспечения приборов.

Концентрацию антипирена в образце $C_{\text{ант.обр}}$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$C_{\text{ант.обр}} = \frac{C_{\text{ант.экст}}}{A} \cdot 5, \quad (2)$$

где $C_{\text{ант.экст}}$ — концентрация антипирена в ацетонитриловом экстракте, мг/л;

A — масса испытуемого образца по ГОСТ 35306.10—2025 (8.1.1), г;

5 — коэффициент разбавления.

5.2.7 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 4.

Таблица *4*

Наименование соединения	Предел рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, % при 5 мг/л (эквивалентно 50 мг/кг в пробе)	Восстановление, % при 100 мг/кг текстильной ткани
Пентабромдифениловый эфир (всего 3 изомера)	[a]	2,0	103
Октабромдифениловый эфир (всего 4 изомера)	[a]	1,2	99
о-трикрезилфосфат	50	2,4	69
Трис-(2-хлорэтил)-фосфат	50	2,6	102
[a] Предельное значение, составляющее 0,1 % по массе (1000 мг/кг).			

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

***5.2.8* Аналитический отчет**

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию анализируемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) качественные данные о наличии антипирена в экстракте анализируемого образца;

d) концентрацию, мг/кг, каждого качественно обнаруженного антипирена в материале игрушки;

e) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату проведения анализа.

5.3 Красители

5.3.1 Сущность метода

Красители определяют в экстрактах материалов игрушек с помощью жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектором (ДМД) или УФ-детектором (фотометрическим детектором).

5.3.2 Реактивы, реагенты и растворители

Примечание — Данные красители не всегда доступны в виде чистых химикатов, и их состав может варьироваться.

5.3.2.1 Реактивы
5.3.2.1.1 Дисперсный синий 1.
5.3.2.1.2 Дисперсный синий 3.
5.3.2.1.3 Дисперсный синий 106.
5.3.2.1.4 Дисперсный синий 124.
5.3.2.1.5 Дисперсный желтый 3.
5.3.2.1.6 Дисперсный оранжевый 3.
5.3.2.1.7 Дисперсный оранжевый 37.
5.3.2.1.8 Дисперсный красный 1.
5.3.2.1.9 Растворитель желтый 1.
5.3.2.1.10 Растворитель желтый 2.
5.3.2.1.11 Растворитель желтый 3.
5.3.2.1.12 Базовый красный 9.
5.3.2.1.13 Базовый фиолетовый 1.
5.3.2.1.14 Базовый фиолетовый 3.
5.3.2.1.15 Кислотно-красный 26.
5.3.2.1.16 Кислотный фиолетовый 49.
5.3.2.2 Реагенты и растворители
5.3.2.2.1 Гидроксид тетрабутиламмония, 40 %-ный раствор в воде.
5.3.2.2.2 Лимонная кислота, х. ч.
5.3.2.2.3 Ацетат аммония, х. ч.
5.3.2.2.4 Ацетонитрил, CAS 75-05-8, 99,9 %.
5.3.2.2.5 Тетрагидрофуран, х. ч.
5.3.2.2.6 Абсолютный этиловый спирт.
5.3.2.2.7 Гидроксид аммония, примерно 35 %.
5.3.2.2.8 Ледяная уксусная кислота, х. ч.
5.3.2.2.9 Ацетат аммония, 10-миллимолярный водный раствор, значение pH 3,6.

(0,77 ± 0,01) г ацетата аммония (см. 5.3.2.2.3) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и добавляют 980 мл воды; значение pH доводят до (3,6 ± 0,1) pH ледяной уксусной кислотой. Объем доводят до метки водой.

5.3.2.2.10 Раствор гидроксида тетрабутиламмония с цитратным буфером

В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают (13,6 ± 0,1) г раствора гидроксида тетрабутиламмония (см. 5.3.2.2.1) и (2,8 ± 0,1) г лимонной кислоты, затем добавляют 980 мл воды; значение pH доводят до (9,0 ± 0,1) pH с помощью гидроксида аммония (см. 5.3.2.2.7). Объем доводят до метки водой.

5.3.3 Приготовление растворов

5.3.3.1 Общие сведения

При приготовлении исходного раствора каждого красителя необходимо учитывать соответствующие характеристики чистоты красителей. Исходные растворы следует хранить в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С.

5.3.3.2 Стандартный исходный раствор (50 мкг/мл), смесь 1

В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5,0 мг с точностью до 0,1 мг каждого из перечисленных ниже красителей. После добавления 50 мл этилового спирта раствор необходимо тщательно перемешать до растворения. Для обеспечения полного растворения красителей мерную колбу следует поместить в ультразвуковую ванну на 15 мин. Затем объем необходимо заполнить до отметки этиловым спиртом.

Красители:
- дисперсный синий 1;
- дисперсный синий 106;
- дисперсный синий 124;
- дисперсный оранжевый 3;
- дисперсный оранжевый 37;
- растворитель желтый 1;
- растворитель желтый 2;
- растворитель желтый 3;
- базовый красный 9;

- базовый фиолетовый 1;
- базовый фиолетовый 3.

5.3.3.3 Стандартный исходный раствор (50 мкг/мл), смесь 2

В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 5,0 мг с точностью до 0,1 мг каждого из перечисленных ниже красителей. После добавления 50 мл этилового спирта раствор необходимо тщательно перемешать до растворения. Для обеспечения полного растворения красителей мерную колбу следует поместить в ультразвуковую ванну на 15 мин. Затем объем необходимо довести до отметки этиловым спиртом.

Красители:

- дисперсный синий 3;
- дисперсный желтый 3;
- дисперсный красный 1;
- кислотный красный 26;
- кислотно-красный 49.

5.3.4 Средства измерений

5.3.4.1 Фильтр, мембрана из политетрафторэтилена (ПТФЭ), 0,45 мкм.

5.3.4.2 Ванна ультразвуковая.

5.3.4.3 Хроматограф жидкостный с ДМД или с УФ-детектором.

Условия, подходящие для определения красителей:

колонка: С18, 100 Å, 5 мкм, закрытая, размерами 250 × 4,6 мм;

защитная колонка: 2 × С18, 100 Å, 5 мкм, закрытая;

температура колонки: 25 °С;

подвижная фаза А: гидроксид тетрабутиламмония с цитратным буфером (5.3.2.2.10);

подвижная фаза Б: тетрагидрофуран;

подвижная фаза С: ацетонитрил;

градиентная программа: см. таблицу *5*;

продолжительность: 45 мин;

скорость потока: 0,8 мл/мин;

объем инъекции: от 5 до 50 мкл;

время анализа: 35 мин;

диапазон длин волн: от 200 до 760 нм.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

Таблица *5* — Градиентная программа

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза В, %	Подвижная фаза С, %
0	80,0	10,0	10,0
2,50	80,0	10,0	10,0
30,0	5,0	48,0	47,0
35,0	5,0	48,0	47,0
45,0	80,0	10,0	10,0

5.3.5 Выполнение измерений

5.3.5.1 Калибровочные растворы

Приготавливают две серии калибровочных растворов красителей в этиловом спирте (см. *таблицу 6*) с концентрациями от 1 до 5 мг/л, используя смесь 1 (см. 5.3.3.2) и смесь 2 (см. 5.3.3.3).

Таблица 6 — Схема приготовления калибровочных растворов

Номер калибровочного раствора	*Стандартный исходный раствор (50 мкг/мл). Смесь 1 (см. 5.3.3.2)*	*Номер калибровочного раствора*	*Стандартный исходный раствор (50 мкг/мл). Смесь 2 (см. 5.3.3.3)*
Калибровочный раствор № 1.1 (1 мг/л)	*2 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*	*Калибровочный раствор № 2.1 (1 мг/л)*	*2 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*
Калибровочный раствор № 1.2 (2 мг/л)	*4 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*	*Калибровочный раствор № 2.2 (2 мг/л)*	*4 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*
Калибровочный раствор № 1.3 (3 мг/л)	*6 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*	*Калибровочный раствор № 2.3 (3 мг/л)*	*6 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*
Калибровочный раствор № 1.4 (4 мг/л)	*8 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*	*Калибровочный раствор № 2.4 (4 мг/л)*	*8 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*
Калибровочный раствор № 1.5 (5 мг/л)	*10 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*	*Калибровочный раствор № 2.5 (5 мг/л)*	*10 мл смеси 1 на 100 мл этилового спирта*

5.3.5.2 Определение красителей

Жидкостную хроматографию проводят в условиях, описанных в 5.3.4.3. Проводят анализ этиловой фазы калибровочных растворов красителей двух стандартных исходных растворов из смеси 1 и смеси 2 (см. 5.3.5.1) и этанольных экстрактов, полученных по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.1.3, 8.2.1, 8.3.1, 8.4.1, 8.5.1, 8.6.1, 8.7.1, 8.8.1 или 8.9.1).

5.3.5.3 Качественное определение

При положительном обнаружении коэффициент чистоты пика должен достигать соответствия не менее 85 %.

5.3.6 Вычисление концентрации красителя

Концентрацию красителя в спиртовом экстракте определяют по калибровочной кривой, построенной с помощью калибровочных растворов.

Концентрацию красителя в образце $C_{кр.обр}$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$C_{кр.обр} = \frac{C_{крас.экст}}{A} \cdot D, \quad (3)$$

где $C_{крас.экст}$ — концентрация красителя в экстракте, мг/л;

A — масса испытуемого образца по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.1.3, 8.2.1, 8.3.1, 8.4.1, 8.5.1, 8.6.1, 8.7.1, 8.8.1 или 8.9), г;

D — коэффициент разбавления общий — 10, для образцов материала игрушки, состоящего из водных жидкостей по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.5).

5.3.7 Пределы и точность

Пределы и точность приведены в таблице 7.

Таблица 7

Наименование вещества	Предел рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, %, при 5 мг/л (эквивалентно 10 мг/кг в пробе)
Дисперсный синий 1	10	1,8
Дисперсный синий 3	10	4,9
Дисперсный синий 106	10	4,4
Дисперсный синий 124	10	2,2
Дисперсный желтый 3	10	0,3
Дисперсный оранжевый 3	10	1,6
Дисперсный оранжевый 37	10	2,8

Окончание таблицы 7

Наименование вещества	Предел рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, %, при 5 мг/л (эквивалентно 10 мг/кг в пробе)
Дисперсный красный 1	10	1,6
Дисперсный желтый 1	10	1,1
Дисперсный желтый 2	10	1,1
Дисперсный желтый 3	10	1,6
Дисперсный красный 9	10	1,4
Дисперсный фиолетовый 1	10	1,5
Дисперсный фиолетовый 3	10	1,0
Дисперсный красный 26	10	2,1
Дисперсный фиолетовый 49	10	1,4

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

***5.3.8* Аналитический отчет**

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) качественное обнаружение красителя в спиртовом экстракте исследуемого образца;

d) количество каждого качественно обнаруженного красителя, выраженное в концентрации, мг/кг, в материале игрушки;

e) проводился ли аудит и, если применимо, использованную процедуру и ее результат;

f) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

g) дату анализа.

5.4 Первичные ароматические амины

5.4.1 Сущность метода

Ароматические амины определяют в экстракте/водной вытяжке материалов игрушек методом газовой хроматографии с масс-селективным детектором (ГХ-МСД) с использованием метода калибровки внешним стандартом в сочетании с соответствующими внутренними стандартами.

5.4.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.4.2.1 Реактивы

5.4.2.1.1 Бензидин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.2 Анилин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.3 2-нафтиламин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.4 3,3′-дихлорбензидин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.5 3,3′-диметоксибензидин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.6 3,3′-диметилбензидин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.7 2-метоксианилин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.8 *о*-толуидин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.1.9 4-хлоранилин чистотой не менее 95 %.

5.4.2.2 Растворители и реагенты

При отсутствии особых указаний необходимо применять химические вещества аналитической чистоты.

5.4.2.2.1 Ацетонитрил.

5.4.2.2.2 Трет-бутилметиловый эфир.

5.4.2.2.3 *н*-гексан.

5.4.2.2.4 Хромабонд XTR (пористые кизельгуровые гранулы).

5.4.2.3 Стандартный исходный раствор (100 мг/л)

В мерную колбу вместимостью 100 мл взвешивают с точностью до 0,1 мг по (10 ± 1) мг каждого ароматического амина (см. 5.4.2.1). Затем добавляют 25 мл ацетонитрила (см. 5.4.2.2.1) и тщательно перемешивают до растворения. Для обеспечения полного растворения мерную колбу необходимо поместить в ультразвуковую ванну на 10 мин. Объем доводят до метки водой.

5.4.3 Средства измерений

5.4.3.1 Ванна ультразвуковая.

5.4.3.2 Гомогенизатор.

5.4.3.3 Центрифуга.

5.4.3.4 Хроматограф газовый с МСД.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

Перед анализом следует убедиться в том, что прибор ГХ-МСД был полностью очищен, поскольку на определение ароматических аминов с помощью метода ГХ-МСД влияют другие загрязнения. Рекомендуется отключить вход пробы и использовать колонку, предназначенную для аминов.

Условия ГХ-МСД, подходящие для определения первичных ароматических аминов:

инжектор;

режим: без разделения 0,5 мин;

газ-носитель: гелий 0,8 мл/мин;

температура инжектора: 250 °С;

объем инъекции: 2 мкл;

колонка: 5 % дифенила/95 % диметилполисилоксана (RTX-5-амин или эквивалент), размерами 30 × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мкм (толщина пленки);

программа печи: 60 °С (3 мин) — 7 °С/мин — 280 °С (4 мин) — 10 °С/мин — 300 °С (2 мин);

детектор: МСД;

температура линии передачи: 280 °С;

диапазон обнаружения детектора: от 70 до 400 m/z.

Ионы для количественного обнаружения: в качестве целевого иона для каждого из ароматических аминов необходимо выбрать молекулярный ион, за которым следуют два иона для подтверждения (см. таблицу *8*).

Таблица *8* — Целевые ионы и ионы подтверждения

Наименование соединения	Целевые ионы, m/z	Ионы подтверждения 1, m/z	Ионы подтверждения 2, m/z
о-толуидин	106	107	77
2-метоксианилин	108	123	80
4-хлоранилин	127	129	92
2-нафтиламин	143	115	116
Бензидин	184	183	185
Анилин	93	92	94
3,3′-диметилбензидин	212	213	106
3,3′-дихлорбензидин	252	254	126
3,3′-диметоксибензидин	244	201	229

5.4.4 Выполнение измерений

5.4.4.1 Калибровочные растворы

Из стандартного исходного раствора (см. 5.4.2.3) получают серию калибровочных растворов смешанных ароматических аминов с концентрациями аминов 1; 2; 5; 5; 10 и 20 мг/л в трет-бутилметиловом эфире (см. *таблицу 9*).

Калибровочные растворы следует готовить свежие ежедневно.

Таблица 9 — Схема приготовления калибровочных растворов

Калибровочный раствор	*Стандартный исходный раствор (100 мг/л) (см. 5.4.2.3)*
Калибровочный раствор № 1 — 20 мг/л	*10 мл исходного раствора в 50 мл трет-бутилметилового эфира*
Калибровочный раствор № 2 — 10 мг/л	*5 мл исходного раствора в 50 мл трет-бутилметилового эфира*
Калибровочный раствор № 3 — 5 мг/л	*5 мл исходного раствора на 100 мл трет-бутилметилового эфира*
Калибровочный раствор № 4 — 2,5 мг/л	*2,5 мл исходного раствора на 100 мл трет-бутилметилового эфира*
Калибровочный раствор № 5 — 1 мг/л	*1 мл исходного раствора на 100 мл трет-бутилметилового эфира*

5.4.4.2 Определение первичных ароматических аминов

Приступают к газохроматографическому определению в условиях, описанных в 5.4.3.4. Проводят анализ калибровочных растворов (см. 5.4.4.1) и соответствующих экстрактов по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.1.4, 8.2.2, 8.3.2, 8.4.2, 8.5.2, 8.6.2, 8.7.2, 8.8.2 или 8.9.2)].

5.4.5 Вычисление концентрации первичных ароматических аминов

Концентрацию первичного ароматического амина в экстракте трет-бутилметилового эфира определяют с использованием калибровочной кривой, построенной с помощью калибровочных растворов.

Концентрацию первичного ароматического амина в образце $C_{амин.обр}$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$C_{амин.обр} = \frac{C_{амин.экст} \cdot V}{A}, \quad (4)$$

где $C_{амин.экст}$ — концентрация соответствующего первичного ароматического амина в экстракте трет-бутилметилового эфира, мг/л;

V — объем экстракта трет-бутилметилового эфира, мл;

A — масса испытуемого образца по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.1.4, 8.2.2, 8.3.2, 8.4.2, 8.5.2, 8.6.2, 8.7.2, 8.8.2 или 8.9.2).

5.4.6 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 10.

Таблица *10*

Наименование соединения	Предел рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, % при 5 мг/л (эквивалентно 5 мг/кг в пробе)	Восстановление, % при 2,5 мг/л
о-толуидин	5	3,7	93
2-метоксианилин	5	3,2	95
4-хлоранилин	5	3,8	87
2-нафтиламин	5	2,3	84
Бензидин	5	3,2	85
Анилин	5	5,0	102
3,3′-диметилбензидин	5	1,9	82
3,3′-дихлорбензидин	5	2,6	81
3,3′-диметоксибензидин	5	3,0	77

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.4.7 Дополнительная информация

Из-за полярных свойств некоторых аминов для проведения этого анализа необходимы идеальные хроматографические условия. Дериватизация экстракта материала игрушки с помощью трифторуксусного ангидрида (TFAA) или N-метил-бис-трифторацетамида (MBTFA) [N,N-бис-(трифторацетил)-метиламина] может быть полезной для решения этой проблемы.

При экстракции ароматических аминов из материала игрушки существует вероятность того, что азокрасители также могут быть экстрагированы. Такие красители могут расщепляться на ароматические амины при анализе методом ГХ. Если для первичного ароматического амина из окрашенного экстракта материала игрушки получен результат, превышающий предел рабочего диапазона, указанный в таблице *6*, необходимо определить, не возросло ли содержание амина вследствие разложения азокрасителя. За исключением анилина, это может указывать на наличие азокрасителя, применение которого запрещено для игрушек из текстиля и кожаных изделий.

Примечание — Первичные ароматические амины также можно определять с использованием соответствующего метода.

5.4.8 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) качественное обнаружение первичных ароматических аминов в экстракте трет-бутилметилового эфира испытуемой пробы;

d) количество каждого качественно обнаруженного первичного ароматического амина, выраженное в виде концентрации, мг/кг, в материале игрушки;

e) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату анализа.

5.5 Мономеры и растворители

Примечание — Настоящий стандарт распространяется на мономеры и растворители с использованием шести методов (см. 5.5.1—5.5.6).

5.5.1 Метод определения акриламида

5.5.1.1 Сущность метода

Акриламид определяют без подготовки проб и дериватизации в экстракте материалов игрушек с использованием жидкостной хроматографии с ДМД или УФ-детектором.

5.5.1.2 Реактивы

5.4.1.2.1 Акриламид.

5.4.1.2.2 Стандартный исходный раствор акриламида в воде, 1000 мг/л.

5.5.1.3 Средства измерений

Хроматограф жидкостный с ДМД.

Условия для проведения анализа акриламида:

колонка: С18, 100 Å, 5 мкм, размерами 250 × 3 мм;

температура колонки: 25 °С;

подвижная фаза: деионизированная вода;

скорость потока: 0,85 мл/мин;

объем инъекции: 100 мкл;

продолжительность: 10 мин;

длина волны ДМД: 198 нм;

длина волны УФ: 210 ± 10 нм.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.5.1.3.1 Вспомогательное оборудование

Виала парофазная.

Крышка обжимная.

Колбы мерные.

Пипетки калиброванные.

5.5.1.4 Выполнение измерений

5.5.1.4.1 Калибровочные растворы

Из стандартного исходного раствора (см. 5.5.1.2.2) акриламида готовят серию калибровочных растворов в воде в концентрациях 0,02; 0,04; 0,08; 0,2 и 0,4 мг/л.

5.5.1.4.2 Определение акриламида

Часть экстракта, полученного в соответствии с *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), переносят в парофазную виалу вместимостью 2 мл и закрывают обжимной крышкой.

Жидкостно-хроматографическое определение следует продолжить в условиях, описанных в 5.5.1.3.

5.5.1.5 Вычисление концентрации аналита

Концентрацию акриламида в водном растворе можно определить непосредственно с помощью калибровочной кривой, построенной с использованием калибровочных растворов.

5.5.1.6 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 11.

Таблица *11*

Наименование соединения	Предел рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, % при 0,02 мг/л
Акриламид	0,02	0,6

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.5.1.7 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) результат анализа акриламида в экстракте материала игрушки, мг/л;

d) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

e) дату анализа.

5.5.2 Методы определения фенола и бисфенола А

5.5.2.1 Сущность методов

Фенол и бисфенол А можно определять в экстракте/водной вытяжки материалов игрушек методом жидкостной хроматографии с ДМ и флуоресцентным детектором (ФЛД).

5.5.2.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.5.2.2.1 Реактивы

5.5.2.2.1.1 Фенол.

Примечание — Фенол должен быть бесцветным или слегка желтоватым. Если цвет бледно-красный, вещество использовать не допускается.

5.5.2.2.1.2 Бисфенол А.

5.5.2.2.2 Растворители

5.5.2.2.2.1 Метиловый спирт.

5.5.2.2.3 Стандартный раствор

5.5.2.2.3.1 Стандартный исходный раствор фенола (1000 мг/л)

(100 ± 10) мг фенола, взвешенного с точностью до 1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и растворяют в метиловом спирте. Затем объем доводят до метки метиловым спиртом.

5.5.2.2.3.2 Стандартный исходный раствор бисфенола А (1000 мг/л)

(100 ± 10) мг бисфенола А, взвешенного с точностью до 1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и растворяют в метиловом спирте. Затем доводят объем метиловым спиртом до метки.

5.5.2.3 Средства измерений

Хроматограф жидкостный с ДМ или ФЛД.

Условия для анализа фенола и бисфенола А:

колонка: С18, 100 Å; 5 мкм, размерами 250 × 4 мм;

температура колонки: 20 °С;

подвижная фаза: метанол: вода = 65:35; изократический;

скорость потока: 0,8 мл/мин;

объем инъекции: 40 мкл.

Детекторы:

- для фенола — ДМД 274 нм;
- бисфенола А — ФЛД: длина волны возбуждения E_x = 275 нм, длина волны излучения E_m = 313 нм.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.5.2.4 Выполнение измерений

5.5.2.4.1 Калибровочные растворы

Примечание — Водные растворы фенола и бисфенола А должны быть стабильными при условиях хранения в темноте и при температуре (4 ± 2) °С не более 3 нед.

5.5.2.4.1.1 Фенол

Из стандартного исходного раствора фенола (см. 5.5.2.2.3.1) необходимо приготовить серию калибровочных растворов фенола в воде с концентрациями 1; 3; 7,5; 15 и 45 мг/л.

5.5.2.4.1.2 Бисфенол А

Из стандартного исходного раствора бисфенола А (см. 5.5.2.2.3.2) необходимо приготовить серию калибровочных растворов бисфенола А в воде с концентрациями 0,01; 0,05; 0,1; 0,2 и 0,5 мг/л.

5.5.2.4.2 Определение фенола и бисфенола А

Часть экстракта, полученного по *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), или экстракт, полученный по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.2.3, 8.5.3, 8.7.3 или 8.9.3), необходимо перенести в парофазную виалу вместимостью 2 мл и закрыть обжимной крышкой. Приступают к жидкостному хроматографическому определению в условиях, описанных в 5.5.2.3. Калибровочные растворы (см. 5.5.2.4.1) и экстракт необходимо ввести микрошприцем.

5.5.2.5 Вычисление концентрации фенола и бисфенола А

Концентрацию фенола и бисфенола А в водном растворе или концентрацию фенола (в качестве консерванта) в экстракте необходимо определять непосредственно по калибровочной кривой, построенной с использованием калибровочных растворов.

Массовую концентрацию фенола (как консерванта) в образце $C_{фен.обр}$, мг/кг, вычисляют по формуле

$$C_{фен.обр} = \frac{C_{фен.экст}}{A} \cdot 15, \quad (5)$$

где $C_{фен.экст}$ — концентрация фенола в экстракте;

A — масса анализируемой пробы, взятой для анализа по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.2.3, 8.5.3, 8.7.3 или 8.9.3), г.

5.5.2.6 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 12.

Таблица *12*

Наименование соединения	Предел рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, %
Фенол (как мономер)	15	0,3 при 15 мг/л
Фенол (в качестве консерванта)	10 мг/кг (граница рабочего диапазона из материала игрушки)	—
Бисфенол А	0,1	1,5 при 0,03 мг/л

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.5.2.7 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) результат анализа на фенол и бисфенол А в водной среде материала игрушки, концентрация, мг/л, или

d) результат анализа на фенол (в качестве консерванта), концентрация, мг/кг;

e) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату анализа.

5.5.3 Метод определения формальдегида

5.5.3.1 Сущность метода

Формальдегид реагирует с пентан-2,4-дионом (ацетилацетоном) в присутствии ацетата аммония с образованием 3,5-диацетил-1,4-дигидролутидина. Поглощение измеряют при длине волны 410 нм. Если содержание формальдегида превышает предел, установленный в *ГОСТ 35305*, для определения формальдегида используют УФ-спектроскопию.

5.5.3.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.5.3.2.1 Ацетат аммония безводный.

5.5.3.2.2 Ледяная уксусная кислота (ρ = 1,05).

5.5.3.2.3 Пентан-2,4-дион.

5.5.3.2.4 Кислота хлористоводородная: 1 моль/л.

5.5.3.2.5 Раствор натрия гидроксида (натра едкого): 1 моль/л.

5.5.3.2.6 Раствор крахмала свежеприготовленный, 2 г/л.

5.5.3.2.7 Раствор формальдегида: от 370 до 400 г/л.

5.5.3.2.7.1 Стандартный образец состава раствора формальдегида, чистота не ниже 95 %.

Примечание — Допускается использовать другие реактивы и реагенты, по точности и чистоте не уступающие вышеуказанным.

5.5.3.2.8 Стандартный раствор йода: 0,05 моль/л.

5.5.3.2.9 Стандартный раствор тиосульфата натрия: 0,1 моль/л.

5.5.3.2.10 Пентан-2,4-дионовый реагент

Растворяют в 25 мл воды в мерной колбе вместимостью 100 мл:

- 15,0 г безводного ацетата аммония;
- 0,3 мл ледяной уксусной кислоты;
- 0,2 мл пентан-2,4-диона.

Объем необходимо заполнить водой до отметки. Раствор должен быть свежеприготовленным.

5.5.3.2.11 Реагент бис-(пентан-2,4-дион)

Растворяют в 25 мл воды в мерной колбе вместимостью 100 мл:

- 15,0 г безводного ацетата аммония;
- 0,3 мл ледяной уксусной кислоты.

Объем необходимо заполнить водой до метки.

5.5.3.3 Приготовление стандартных растворов

5.5.3.3.1 Стандартизованный исходный раствор формальдегида

5,0 мл раствора формальдегида (см. 5.5.3.2.7) переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят водой до метки.

Непосредственно перед применением концентрацию этого раствора определяют нижеприведенным образом.

Для приготовления стандартного раствора переносят 10,0 мл стандартного исходного раствора в мерную колбу и добавляют 25,0 мл стандартного раствора йода (см. 5.5.3.2.8) и 10,0 мл раствора гидроксида натрия (см. 5.5.3.2.5). Мерную колбу следует оставить на 5 мин.

С помощью 11,0 мл хлористоводородной кислоты (см. 5.5.3.2.4) необходимо подкислить и удалить избыток йода титрованием тиосульфата натрия. Стандартный раствор тиосульфата натрия (см. 5.5.3.2.9) и 0,1 мл раствора крахмала (см. 5.5.3.2.6) используют в качестве индикатора.

Примечание — Раствор крахмала добавляют, когда титруемый раствор приобретет бледно-соломенно-желтый цвет. Теоретически 1,0 мл израсходованного 0,05-молярного стандартного раствора йода эквивалентен 1,5 мг формальдегида.

5.5.3.3.2 Разбавленный стандартный раствор формальдегида

С помощью пипеток и мерных колб разбавляют аликвотную часть стандартизованного исходного раствора формальдегида (см. 5.5.3.3.1) водой в 20 раз по объему. Затем аликвотную часть этого второго раствора необходимо разбавить 100 раз по объему так, чтобы 1,0 мл конечного раствора содержал примерно 0,001 мг формальдегида.

Необходимо рассчитать фактическую концентрацию формальдегида.

Раствор должен быть свежеприготовленным.

5.5.3.4 Средства измерений

5.5.3.4.1 Спектрометр, пригодный для измерения экстинкции с кюветами длиной оптического пути 10 мм при длине волны 410 нм.

5.5.3.4.2 Спектрофотометр ультрафиолетовый с диапазоном измерений от 300 до 500 нм (требуется для этапов подтверждения полученных результатов анализа).

5.5.3.4.3 Баня водяная, способная поддерживать температуру (60 ± 2) °С.

5.5.3.5 Выполнение измерений

5.5.3.5.1 Общие положения

Два параллельных определения должны быть проведены для экстракта в течение 24 ч после экстракции.

5.5.3.5.2 Калибровочные растворы

Переносят 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 мл разбавленного стандартного раствора формальдегида (см. 5.5.3.3.2) в конические колбы вместимостью 50 мл. К содержимому каждой конической колбы добавляют по 5,0 мл реагента пентан-2,4-диона (см. 5.5.3.2.10) и доводят объем водой до 30,0 мл.

Необходимо рассчитать концентрацию формальдегида в этих растворах.

5.5.3.5.3 Образец раствора

В коническую колбу вместимостью 50 мл добавляют 5,0 мл экстракта, полученного согласно *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), 5,0 мл пентан-2,4-дионового реагента (см. 5.5.3.2.10) и 20,0 мл воды.

5.5.3.5.4 Эталонный раствор

В коническую колбу вместимостью 50 мл добавляют 5,0 мл водного раствора, полученного в соответствии с *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), 5,0 мл реагента бис(пентан-2,4-диона) (см. 5.5.3.2.11) и 20,0 мл воды.

Примечание — Использование данного эталонного раствора устраняет возможные помехи, возникающие из-за присутствия окрашенных веществ в водном растворе.

5.5.3.5.5 Контрольный раствор

В коническую колбу вместимостью 50 мл добавляют 25,0 мл воды и 5,0 мл пентан-2,4-дионового реагента (см. 5.5.3.2.10).

Примечание — Этот раствор необходим для создания калибровочной кривой.

5.5.3.5.6 Определение формальдегида

Калибровочные растворы (см. 5.5.3.5.2) перемешивают в конических колбах в течение примерно 15 с, затем погружают в термостатическую водяную баню при температуре (60 ± 2) °С на 10 мин ± 10 с. Дают колбам остыть в течение как минимум 2 мин на бане с ледяной водой.

Растворы необходимо перенести в измерительные кюветы спектрометра (см. 5.5.3.4.1). Поглощение каждого калибровочного раствора необходимо измерять при длине волны 410 нм с водой в эталонной кювете.

Образец раствора (см. 5.5.3.5.2), эталонный раствор (см. 5.5.3.5.4) и контрольный раствор (см. 5.5.3.5.5) перемешивают в конических колбах в течение примерно 15 с, затем погружают в термостатируемую водяную баню при температуре (60 ± 2) °С на 10 мин ± 10 с. Дают колбам остыть в течение как минимум 2 мин в емкостях с ледяной водой.

Растворы необходимо перелить в измерительные кюветы спектрометра (см. 5.5.3.4.1). Поглощение образца раствора при длине волны 410 нм следует сравнить с эталонным раствором в измерительной кювете A_1. Если измеренное поглощение выходит за пределы диапазона, охватываемого калибровочными растворами, измерение необходимо повторить с более разбавленным раствором образца и с раствором сравнения, разбавленным в той же степени.

Поглощение контрольного раствора измеряют с водой в эталонной измерительной кювете A_2.

Измерения поглощения следует проводить в течение 35—60 мин с момента помещения конической колбы на водяную баню при температуре 60 °С.

5.5.3.6 Вычисление концентрации анализируемого вещества

Посредством значений коэффициента экстинкции, полученных из калибровочных растворов, необходимо построить калибровочную кривую после вычитания значения контрольного раствора A_2.

Вычитают значения A_1 из значения A_2 и вычисляют по калибровочной кривой концентрацию формальдегида в образце раствора. Концентрацию формальдегида в экстракте $C_{s\ экст}$, мг/л, вычисляют по формуле

$$C_{s\ экст} = C_{s\ обр} \cdot 5, \quad (6)$$

где $C_{s\ обр}$ — концентрация формальдегида в образце раствора, мг/л;

5 — коэффициент разбавления раствора пробы.

Данный результат должен быть выражен с точностью до двух десятичных знаков.

5.5.3.7 Метод подтверждения результатов анализа

5.5.3.7.1 Требование подтверждения результатов анализа

Если концентрация формальдегида в водном растворе превышает 0,1 мг/л [см. *ГОСТ 35305—2025* (таблица 5)], то определение необходимо подтвердить с помощью УФ-спектрофотометра.

5.5.3.7.2 Стандартный спектр

Во время приготовления производного формальдегида (см. 5.5.3.5.6) сканируют калибровочный раствор объемом 10,0 мл в диапазоне от 300 до 500 нм. Положение и значение поглощения в максимуме пика должны быть записаны, после чего должно быть вычислено соотношение измерений поглощения, измеренных с шагом 20 нм на каждой стороне пика.

Спектр должен удовлетворять следующим условиям:

a) максимальное поглощение — в диапазоне от 408 до 411 нм;

b) спектр, стремящийся к нулевому ослаблению ниже 320 нм, — менее 0,02 единицы поглощения.

Примеры ожидаемых коэффициентов затухания приведены в таблице *13*.

Максимальное поглощение: 410 нм.

Таблица *13* — Примеры коэффициентов затухания на соответствующих длинах волн

Пара длин волн, нм	Коэффициенты
370/410	0,520 ± 0,02
390/410	0,843 ± 0,01
430/410	0,802 ± 0,01
450/410	0,386 ± 0,02

5.5.3.7.3 Спектр раствора образца

Необходимо записать спектр раствора образца в диапазоне от 300 до 500 нм и определить максимумы поглощения и коэффициенты поглощения. Эти соотношения должны находиться в пределах ±5 % от значений, полученных с помощью калибровочного раствора объемом 10,0 мл. Если этот критерий соблюдается, полученное содержание формальдегида подтверждается.

5.5.3.8 Метод подтверждения и предельное значение

Данный метод апробирован в ходе межлабораторных испытаний с использованием как горячей, так и холодной водной вытяжки бумаги и картона. Предельное значение формальдегида в качестве мономера при экстракте материала игрушки составляет 0,1 мг/л.

5.5.3.9 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) среднее значение аналитического результата для формальдегида в водной среде материала игрушки, выраженное в концентрации, мг/л;

d) наличие/отсутствие метода подтверждения, и если да, то его результат;

e) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату отбора пробы;

g) дату анализа.

5.5.4 Метод определения трихлорэтилена и дихлорметана

5.5.4.1 Сущность метода

Трихлорэтилен и дихлорметан определяют в экстракте материалов игрушек методом парофазной газовой хроматографии с детектором электронного захвата (ГХ-ДЭЗ).

5.5.4.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.5.4.2.1 Реактивы

5.5.4.2.1.1 Трихлорэтилен.

5.5.4.2.1.2 Дихлорметан.

5.5.4.2.2 Реагенты и растворители

5.5.4.2.2.1 Ацетон.

5.5.4.2.2.2 Хлорид натрия.

5.5.4.2.3 Стандартный исходный раствор

Стандартный исходный раствор готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл путем разбавления объема каждого из веществ, перечисленных в таблице *14*, ацетоном.

Концентрацию каждого вещества, мг/мл, вычисляют, используя соответствующую плотность.

Таблица *14* — Концентрация соединения в стандартном исходном растворе

Наименование соединения	Объем, мкл	Плотность, г/мл	Концентрация, мг/мл
Трихлорэтилен	100	1,476	1,48
Дихлорметан	300	1,325	3,98

Примечание — Раствор можно хранить в темноте при температуре (4 ± 2) °С не более 3 нед.

5.5.4.3 Средства измерений

5.5.4.3.1 Дозатор равновесного пара

Температура печи: 95 °С.

Температура иглы: 95 °С.

Температура линии передачи: 110 °С.

Время цикла: 61 мин.

Термостатический период: 120 мин.

Время повышения давления: 2,0 мин.

Время инъекции: 0,04 мин.

5.5.4.3.2 Газовый хроматограф с ДЭЗ

Условия ГХ-ЭЗД для анализа трихлорэтилена и дихлорметана приведены ниже.

Инжектор:

режим: без разделения 1 мин;

газ-носитель: азот;

температура инжектора: 200 °С.

Колонка: 6 % цианопропилфенил/94 % диметилполисилоксан, размерами 75 × 0,53 (внутренний диаметр) × 3 мкм (толщина пленки).

Программа печи: 40 °С (5 мин) — 2 °С/мин — 65 °С — 0 мин — 10 °С/мин — 200 °С (5 мин).

Детектор: ЭЗД.

Температура детектора: 300 °С.

Дополнительный поток газа: аргон/метан.

Продолжительность: 36 мин.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.5.4.4 Выполнение измерений

5.5.4.4.1 Калибровочные растворы

Из стандартного исходного раствора (см. 5.5.4.2.3) готовят серию стандартных рабочих растворов концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мл с добавлением ацетона до объема 100 мл.

Затем следует приготовить серию калибровочных растворов, разбавляя по 50 мкл каждого стандартного рабочего раствора и доводя его водой до 100 мл.

5.5.4.4.2 Определение трихлорэтилена и дихлорметана

10,0 мл экстракта, полученного в соответствии *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), переносят в парофазную виалу вместимостью 20 мл и добавляют 5 г хлорида натрия. Виалу следует незамедлительно закрыть обжимной крышкой и встряхнуть для насыщения раствора солью. Калибровочные растворы (см. 5.5.4.4.1) следует обрабатывать аналогичным образом.

Анализ следует проводить в условиях, описанных в 5.5.4.3.2.

5.5.4.5 Вычисление концентрации аналита

Концентрацию аналита(ов) в водном растворе следует определять непосредственно по калибровочной кривой, построенной с использованием калибровочных растворов.

5.5.4.6 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 15.

Таблица *15*

Наименование соединения	Предельное значение экстракта, мг/л	Относительное стандартное отклонение, %
Трихлорэтилен	0,02 (граница рабочего диапазона)	1,4 при 0,013 мг/л
Дихлорметан	0,06	3,0 при 0,04 мг/л

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.5.4.7 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) результат анализа на трихлорэтилен и дихлорметан в водной среде материала игрушки, выраженный в концентрации, мг/л;

d) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату анализа.

5.5.5 Методы анализа метилового спирта, толуола, этилбензола, ксилола и циклогексанона

5.5.5.1 Сущность методов

Метиловый спирт, толуол, этилбензол, ксилол (все изомеры) и циклогексанон определяют в экстракте материалов игрушек методом парофазной ГХ-МСД или ГХ с пламенно-ионизационным детектором.

5.5.5.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.5.5.2.1 Реактивы

5.5.5.2.1.1 Метиловый спирт.

5.5.5.2.1.2 Толуол.

5.5.5.2.1.3 Этилбензол.

5.5.5.2.1.4 Ксилол (все изомеры).

5.5.5.2.1.5 Циклогексанон.

5.5.5.2.2 Реагенты и растворители

5.5.5.2.2.1 Хлорид натрия.

5.5.5.2.2.2 Ацетон.

5.5.5.2.3 Стандартные исходные растворы

Аналиты, определяемые данным методом, можно разделить на две группы. Для каждой группы готовят стандартный исходный раствор, разбавляя объем соответствующего соединения, указанного в таблице *16*, ацетоном в мерной колбе вместимостью 100 мл. Концентрацию каждого соединения вычисляют, используя плотность соответствующего соединения.

Таблица *16* — Приготовление стандартных исходных растворов

Наименование соединения	Объем, мл	Плотность, г/мл	Концентрация, мг/мл
Группа 1: толуол, этилбензол, *о*-ксилол, *м*-ксилол, *п*-ксилол и циклогексанон			
Толуол	3,0	0,865	25,9
Этилбензол	2,0	0,867	17,3
о-ксилол	2,0	0,870	17,4
м-ксилол	2,0	0,868	17,4
п-ксилол	2,0	0,866	17,3
Циклогексанон	3,0	0,947	28,4
Группа 2: метанол			
Метиловый спирт	5,0	0,791	39,6

5.5.5.3 Средства измерений

5.5.5.3.1 Пробоотборник парофазный

Температура печи: 95 °С.

Температура иглы: 95 °С.

Температура линии передачи: 110 °С.

Продолжительность цикла: 61 мин.

Термостатический период: 120 мин.

Время повышения давления: 2,0 мин.

Время инъекции: 0,04 мин.

5.5.5.3.2 Хроматограф газовый с МСД или пламенно-ионизационным детектором

Условия для анализа метилового спирта, ароматических углеводородов и циклогексанона приведены ниже.

Инжектор:

режим: разделение 1:5;

газ-носитель: гелий;

температура инжектора: 220 °С.

Колонка: полиэтиленгликоль, размерами 60 × 0,32 (внутренний диаметр) × 0,5 мкм (толщина пленки).

Программа термостатирования: 40 °С (10 мин) — 4 °С/мин — 110 °С — 0 мин — 8 °С/мин — 230 °С (10 мин).

Детектор: МСД.

Температура детектора: 250 °С.

Режим: SIM.

Продолжительность: 52 мин.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

Отдельные ионы приведены в таблице 17.

Таблица *17*

Наименование соединения	Отдельные ионы, *m*/*z*
Метанол	29; 32; 31
Толуол	65; 91; 92
Этилбензол	71; 91; 106
о-ксилол	91; 105; 106
м-ксилол	91; 105; 106
п-ксилол	91; 105; 106
Циклогексанон	55; 69; 98

5.5.5.4 Выполнение измерений

5.5.5.4.1 Калибровочные растворы

5.5.5.4.1.1 Группа 1: толуол, этилбензол, *о*-ксилол, *м*-ксилол, *п*-ксилол и циклогексанон

Из стандартных исходных растворов (см. 5.5.5.2.3) группы 1 готовят один, разбавляя ацетоном концентрацией 0,1; 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 мл до 10 мл. Получают ряд стандартных рабочих растворов.

Затем следует приготовить серию калибровочных растворов, разбавив 50 мкл каждого стандартного рабочего раствора водой до 100 мл.

5.5.5.4.1.2 Группа 2: метиловый спирт

Готовят серию из стандартного исходного раствора группы 2 (см. 5.5.5.2.3), разбавляя водой концентрацией 0,1; 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 мл до 10 мл. Получают ряд стандартных рабочих растворов.

Готовят серию калибровочных растворов объемом по 100 мл.

5.5.5.4.2 Определение метилового спирта, толуола, этилбензола, ксилола и циклогексанона

10,0 мл экстракта, полученного в соответствии с *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), переносят в парофазную виалу вместимостью 20 мл и добавляют 5 г хлорида натрия. Парофазную виалу следует немедленно закрыть обжимной крышкой и встряхнуть для насыщения раствора хлоридом натрия. Калибровочные растворы (см. 5.5.5.4.1) следует обрабатывать аналогичным образом.

Примечание — Если присутствует высокая концентрация циклогексанона и/или линейный диапазон калибровочной кривой превышен, необходимо разбавление водного раствора. В таких случаях необходимо убедиться в том, что объем разбавленного экстракта, передаваемого в парофазную виалу, ограничен 10 мл.

Анализ равновесной паровой фазы следует проводить в условиях, описанных в 5.5.5.3.2.

5.5.5.5 Вычисление концентрации аналита

Концентрацию аналита(ов) в водном растворе следует определять непосредственно по калибровочной кривой, построенной с использованием калибровочных растворов.

Примечание — Следует убедиться в том, что линейный диапазон калибровочных растворов не превышен.

5.5.5.6 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 18.

Таблица *18*

Наименование соединения	Предельное значение экстракта/водной вытяжки, не более, мг/л	Относительное стандартное отклонение, % при 0,9 мг/л
Толуол	*0,5*	9,0
Этилбензол	0,01	8,5
о-ксилол	0,05	7,9
м-ксилол		8,1
п-ксилол		8,0
Циклогексанон	46	8,1
Метанол	0,2	4,2 (при 7,9 мг/л)

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.5.5.7 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) результат анализа на метанол, толуол, этилбензол, ксилол и циклогексанон в экстракте материала игрушки, выраженном в концентрации, мг/л;

d) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату анализа.

5.5.6 Методы анализа 2-метоксиэтилацетата, 2-этоксиэтанола, 2-этоксиэтилацетата, бис-(2-метоксиэтил) эфира, 2-метоксипропилацетата, стирола, 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она и нитробензола

5.5.6.1 Сущность методов

2-метоксиэтилацетат, 2-этоксиэтанол, 2-этоксиэтилацетат, бис-(2-метоксиэтил) эфир, 2-метоксипропилацетат, стирол, 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он и нитробензол определяют в водной вытяжке из материалов игрушек методом твердофазной экстракции и ГХ-МСД.

Примечание — Метод для фенола и бисфенола А (см. 5.5.2) также пригоден для определения 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он (изофорон).

5.5.6.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.5.6.2.1 Реактивы

5.5.6.2.1.1 2-метоксиэтилацетат.

5.5.6.2.1.2 2-этоксиэтанол.
5.5.6.2.1.3 2-этоксиэтилацетат.
5.5.6.2.1.4 Бис-(2-метоксиэтиловый) эфир.
5.5.6.2.1.5 2-метоксипропилацетат.
5.5.6.2.1.6 Стирол.
5.5.6.2.1.7 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он (изофорон).
5.5.6.2.1.8 Нитробензол.
5.5.6.2.2 Реагенты и растворители
5.5.6.2.2.1 Ацетон.
5.5.6.2.2.2 Этилацетат.
5.5.6.2.2.3 Сульфат натрия.
5.5.6.2.3 Стандартный исходный раствор

Стандартный исходный раствор готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл путем разбавления ацетоном объемов, указанных в таблице *19* для каждого соединения. Концентрацию каждого соединения следует вычислять с использованием соответствующей плотности.

Таблица *19* — Приготовление стандартного исходного раствора

Наименование соединения	Объем, мл	Плотность, г/мл	Концентрация, мг/мл
2-метоксиэтилацетат	100	1,009	1,01
2-этоксиэтанол	100	0,930	0,93
2-этоксиэтилацетат	100	0,975	0,97
Бис-(2-метоксиэтил) эфир	100	0,937	0,94
2-метоксипропилацетат	100	0,960	0,96
Стирол	200	0,909	1,82
3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он изофорон)	600	0,923	5,54
Нитробензол	50	1,196	0,60

5.5.6.3 Вспомогательное оборудование
5.5.6.3.1 Твердофазный картридж [пробирка для твердофазной экстракции (ТФЭ)]

Полярный модифицированный сополимер полистирола и дивинилбензола, 6 мл по 500 мг, хромобонд-Easy13 или эквивалентная упаковка.

5.5.6.3.2 Хроматограф газовый с МСД

Условия по методу ГХ-МСД приведены ниже.

Инжектор:
режим: без разделения 1 мин;
газ-носитель: гелий;
температура инжектора: 250 °С;
объем инъекции: от 1 до 2 мкл.

Колонка: полиэтиленгликоль (или эквивалентная колонка), размерами 60 × 0,32 (внутренний диаметр) × 0,5 мкм (толщина пленки).

Программа печи: 50 °С (2 мин) — 5 °С/мин — 260 °С — 2 мин.
Детектор: МСД.
Температура линии передачи: 260 °С.
Режим: SIM.
Продолжительность: 46 мин.

Целевые ионы и ионы подтверждения приведены в таблице 20.

Таблица *20*

Наименование соединения	Целевые ионы и ионы подтверждения, m/z
2-метоксиэтилацетат	43; 45; 58; 73
2-этоксиэтанол	43; 59
2-этоксиэтилацетат	39; 43; 72; 87
Бис-(2-метоксиэтил)эфир	45; 58; 59; 73; 89
2-метоксипропилацетат	43; 45; 58; 72; 87
Стирол	51; 78; 104
3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он (изофорон)	82; 95; 138
Нитробензол	77; 93; 123

5.5.6.4 Выполнение измерений

5.5.6.4.1 Калибровочные растворы

Исходный раствор стандарта готовят путем разбавления 5 мл стандартного исходного раствора (см. 5.5.6.2.3) дихлорметаном до 100 мл.

Серию калибровочных растворов следует приготовить из разбавленного стандартного исходного раствора путем разведения дихлорметаном концентрацией 0,1; 0,25; 0,5; 1,0 и 2,0 мл до 100 мл.

5.5.6.4.2 Твердофазная экстракция

Картридж необходимо кондиционировать примерно в 4 мл воды. Необходимо избегать высыхания картриджа перед следующим этапом работы.

50 мл экстракта, полученного в соответствии с *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), пропускают через кондиционированный картридж для ТФЭ в вакууме. Скорость потока не должна превышать 5 мл/мин.

Каждый картридж следует промыть пять раз по 1 мл этилацетата. Каждая аликвота должна оставаться на колонке от 30 с до 1 мин. Элюированный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл и дополняют объем дихлорметаном до отметки.

Часть этого раствора следует перенести в парофазную виалу и закрыть обжимной крышкой.

5.5.6.4.3 Определение 2-метоксиэтилацетата, 2-этоксиэтанола, 2-этоксиэтилацетата, бис-(2-метоксиэтил) эфира, 2-метоксипропилацетат, стирола, 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она и нитробензола.

Газохроматографическое определение проводят в условиях, описанных в 5.5.6.3.2. Калибровочные растворы (см. 5.5.6.4.1) и раствор пробы, приготовленные в соответствии с 5.5.6.4.2, необходимо ввести микрошприцем.

Примечания

1 Калибровочные растворы не следует подвергать твердофазной экстракции перед анализом.

2 Может потребоваться дальнейшее разбавление раствора пробы, особенно если присутствует высокая концентрация изофорона и/или превышен линейный диапазон калибровочной кривой.

5.5.6.5 Вычисление концентрации аналита

Концентрацию аналита(ов) в экстракте следует определять непосредственно по калибровочной кривой, построенной с использованием калибровочных растворов.

Примечание — Следует убедиться в том, что линейный диапазон калибровочных растворов не превышен.

5.5.6.6 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 21.

Таблица *21*

Наименование соединения	Предельное значение экстракта, не более, мг/л	Относительное стандартное отклонение[a], %, при 0,05 мг/л
2-метоксиэтилацетат	0,5 (всего)[b]	4,9
2-этоксиэтанол		4,1
2-этоксиэтилацетат		1,9
бис-(2-метоксиэтил)эфир		3,4
2-метоксипропилацетат	0,5 (всего)[b]	3,4
Стирол	0,75	9,6
3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он (изофорон)	3,0	3,1
Нитробензол	0,02 (граница рабочего диапазона)	4,8 при 0,025 мг/л
[a] Данные получены в результате экспериментов с объемом 200 мл экстракта, полученного в результате твердофазной экстракции. [b] Каждый эфир гликоля или ацетат гликолевого эфира следует определять индивидуально, если его концентрация превышает 0,05 мг/л.		

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.5.6.7 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) результат анализа на эфиры гликолей, ацетаты эфиров гликолей, стирол, 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он и нитробензол в водной среде материала игрушки, выраженный в концентрации, мг/л;

d) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

e) дату анализа.

5.6 Антисептики для древесины

5.6.1 Сущность метода

Антисептики для древесины определяют в ацетилированных экстрактах материалов деревянных игрушек методом газовой хроматографии с детектором электронного захвата (ГХ-ДЭЗ).

5.6.2 Реактивы, реагенты и растворители

5.6.2.1 Реактивы

5.6.2.1.1 2,4-дихлорфенол* (2,4-ДКП).

5.6.2.1.2 2,3,4-трихлорфенол (2,3,4-ТКФ), внутренний стандарт.

5.6.2.1.3 2,4,6-трихлорфенол* (2,4,6-ТКФ).

5.6.2.1.4 2,4,5-трихлорфенол* (2,4,5-ТКФ).

5.6.2.1.5 2,3,4,6-тетрахлорфенол* (2,3,4,6-ТеСР).

5.6.2.1.6 Пентахлорфенол (ПХФ).

5.6.2.1.7 Линдан.

5.6.2.1.8 Цифлутрин, смесь изомеров.

5.6.2.1.9 Циперметрин, смесь изомеров.

5.6.2.1.10 Дельтаметрин.

5.6.2.1.11 Перметрин, смесь цис- и трансизомеров (1:3).

5.6.2.2 Реагенты и растворители

5.6.2.2.1 Карбонат калия.

5.6.2.2.2 Ортофосфорная кислота.

5.6.2.2.3 *н*-гексан.

5.6.2.2.4 Уксусный ангидрид.

---

* В *ГОСТ 35305* отсутствуют требования к данному веществу.

5.6.2.2.5 Этиловый спирт.

5.6.2.2.6 Ледяная уксусная кислота.

5.6.2.2.7 Раствор этилового спирта и уксусной кислоты (90:10, по объему)

Тщательно перемешивают 900 мл этилового спирта (см. 5.6.2.2.5) и 100 мл ледяной уксусной кислоты (см. 5.6.2.2.6).

5.6.2.2.8 Раствор карбоната калия (0,1 М)

Взвешивают примерно 13,8 г карбоната калия с точностью до 0,1 г в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят до метки водой. Тщательно перемешивают.

5.6.3 Стандартные растворы

Примечание — Концентрированные и разбавленные стандартные растворы должны быть стабильны в течение 2 нед при хранении при температуре (4 ± 2) °С в емкостях из темного стекла и в темном месте. Цифлутрин, циперметрин, дельтаметрин и перметрин нестабильны при дневном свете.

5.6.3.1 Стандартный концентрированный раствор 1

В мерную колбу вместимостью 50 мл добавляют по (14 ± 1) мг цифлутрина (см. 5.6.2.1.8) и циперметрина (см. 5.6.2.1.9) и по (25 ± 1) мг дельтаметрина (см. 5.6.2.1.10) и перметрин (см. 5.6.2.1.11) с точностью до 0,1 мг. Затем доводят до метки раствором этанола и уксусной кислоты (см. 5.6.2.2.7) и тщательно перемешивают.

5.6.3.2 Стандартный концентрированный раствор 2

В мерную колбу вместимостью 100 мл добавляют (16 ± 1) мг 2,4-ДКП (см. 5.6.2.1.1) с точностью до 0,1 мг. Затем доводят до метки раствором этанола и уксусной кислоты и тщательно перемешивают.

5.6.3.3 Стандартный концентрированный раствор 3

В мерную колбу вместимостью 50 мл добавляют по (17 ± 1) мг 2,3,4,6-ТеСР (см. 5.6.2.1.5) и ПХФ (см. 5.6.2.1.6), по (25 ± 1) мг 2,4,6-ТКФ (см. 5.6.2.1.3) и линдан (см. 5.6.2.1.7), а также (42 ± 1) мг 2,4,5-ТКФ (см. 5.6.2.1.4) с точностью до 0,1 мг. Затем доводят до метки раствором этанола и уксусной кислоты (см. 5.6.2.2.7) и тщательно перемешивают.

5.6.3.4 Концентрированный исходный раствор внутреннего стандарта

Взвешивают (10 ± 1) мг 2,3,4-ТКФ (см. 5.6.2.1.2) с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 50 мл. Доводят до метки раствором этанола и уксусной кислоты и тщательно перемешивают.

5.6.3.5 Разбавленный исходный стандартный раствор

В мерную колбу вместимостью 100 мл переносят мерной стеклянной пипеткой 10 мл раствора по 5.6.3.1, 5 мл раствора по 5.6.3.2 и 1 мл раствора по 5.6.3.3. Затем доводят до метки раствором этанола и уксусной кислоты и тщательно перемешивают.

5.6.3.6 Разбавление эталонного раствора

Стеклянной мерной пипеткой переносят 2,5 мл раствора по 5.6.3.4 в мерную колбу вместимостью 100 мл. Затем доводят до метки раствором этанола и уксусной кислоты и тщательно перемешивают.

Фактическая концентрация всех компонентов должна быть рассчитана и выражена в миллиграммах на литр, мг/л.

5.6.4 Средства измерений

5.6.4.1 Пипетки из стекла калиброванные мерные.

5.6.4.2 Гомогенизатор.

5.6.4.3 Хроматограф газовый с ЭЗД.

Условия по методу ГХ-ЭЗД приведены ниже.

Инжектор:

режим: без разделения 1 мин;

газ-носитель: азот;

температура инжектора: 250 °С;

объем инжектора: 2 мкл.

Колонка: 5 % фенила/95 % метилполисилоксана, размерами 30 × 0,25 мм (внутренний диаметр), 0,50 мкм (толщина пленки).

Программа печи: 80 °С (0 мин) — 5 °С/мин — 200 °С — 0 мин — 10 °С/мин — 300 °С (5 мин).

Детектор: ЭЗД.

Температура детектора: 300 °С.

Дополнительный газ: аргон/метан.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.6.5 Выполнение измерений

5.6.5.1 Калибровочные растворы

В пять пробирок с пробками вместимостью 50 мл следует наполнить по 35 мл 0,1 М раствора карбоната калия (см. 5.6.2.2.8). Калиброванной стеклянной мерной пипеткой добавляют 0; 15; 30; 45 и 60 мкл разбавленного исходного раствора стандарта (см. 5.6.3.5), а также 40 мкл внутреннего стандарта (см. 5.6.3.6). Пробирку закрывают пробкой и раствор перемешивают в гомогенизаторе (см. 5.6.4.3) в течение 30 с.

Затем добавляют 5 мл *н*-гексана и 1 мл уксусного ангидрида, затем раствор необходимо встряхнуть пять раз в течение (3 ± 1) с в гомогенизаторе. После каждого периода перемешивания пробку следует осторожно снимать, чтобы дать возможность газу, образующемуся во время реакции дериватизации, выйти. Если образование газа практически отсутствует, раствор необходимо встряхивать три раза — каждый раз в течение (30 ± 5) с, после чего снимать пробку, что позволяет газу, который мог образоваться, выйти наружу.

Должно пройти достаточное количество времени для разделения двух фаз.

Текущие концентрации консервантов для древесины в инъекционном растворе (фаза *н*-гексана) вычисляют в концентрации, выраженной в миллиграммах на литр, мг/л.

5.6.5.2 Дериватизация

В пробирку вместимостью 50 мл с пробкой наливают 35 мл 0,1 М раствора карбоната калия. Калиброванной стеклянной мерной пипеткой к раствору карбоната калия добавляют 400 мкл экстракта, полученного по *ГОСТ 35306.10—2025* (8.3.3), и 40 мкл разбавленного раствора внутреннего стандарта (см. 5.6.3.6). Закрывают стеклянную пробирку пробкой и перемешивают раствор в гомогенизаторе в течение 30 с.

Затем в раствор добавляют 5 мл *н*-гексана и 1 мл уксусного ангидрида и встряхивают пять раз в течение (3 ± 1) с помощью гомогенизатора. После каждого периода перемешивания пробку необходимо осторожно снимать, чтобы дать возможность газу, образующемуся во время реакции дериватизации, выйти. Если образование газа практически отсутствует, раствор встряхивают еще три раза — каждый раз в течение (30 ± 5) с, после чего снимают пробку, что позволяет газу, который мог образоваться, выйти наружу. Должно пройти достаточное количество времени для разделения двух фаз.

5.6.5.3 Определение антисептика для древесины

Продолжают газохроматографическое определение в соответствии с условиями, приведенными в 5.6.4.3. Гексановые фазы, полученные по 5.6.5.1 и 5.6.5.2, подлежат инжектированию.

5.6.6 Вычисление концентрации аналита

Коэффициент площади пика необходимо вычислять для каждого из калибровочных растворов путем деления площади пика соответствующего калибровочного компонента на площадь раствора этанола.

Концентрацию антисептика для древесины в гексановом экстракте определяют непосредственно с помощью калибровочной кривой, построенной с помощью калибровочных растворов.

Концентрацию антисептика для древесины $C_{ант}$, мг/кг, в образце вычисляют по формуле

$$C_{ант} = \frac{C_{ант.экст} \cdot 312,5}{A}, \quad (7)$$

где $C_{ант.экст}$ — концентрация антисептика для древесины в гексановом экстракте, г/л;

312,5 — коэффициент для расчета концентрации, мг/кг;

A — масса анализируемой пробы, взятой для анализа [см. *ГОСТ 35306.10—2025* (8.3.3)], г.

5.6.7 Предельные значения и точность

Предельные значения и точность приведены в таблице 22.

Таблица *22*

Наименование соединения	Граница рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, % на пределе рабочего диапазона	Восстановление, % на границе рабочего диапазона древесины бука
2,4-дихлорфенол	(5)[a]	3,7	114
2,4,6-трихлорфенол	(5)[a]	3,1	96

Окончание таблицы 22

Наименование соединения	Граница рабочего диапазона, мг/кг	Относительное стандартное отклонение, % на пределе рабочего диапазона	Восстановление, % на границе рабочего диапазона древесины бука
2,4,5-трихлорфенол	(10)[a]	0,9	115
2,3,4,6-тетрахлорфенол	(1)[a]	5,0	114
Пентахлорфенол	2	5,6	120
Линдан	2	5,0	102
Цифлутрин	10	13,1	101
Циперметрин	10	2,9	109
Дельтаметрин	10	8,2	92
Перметрин	10	11,8	80,5
[a] В *ГОСТ 35305* отсутствуют требования к этому соединению, но значение, указанное в скобках, может быть достигнуто.			

Коэффициент корреляции $r > 0,995$ (кроме 2,4,5-трихлорфенола, равного 0,992).

5.6.8 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) качественную идентификацию соответствующего антисептика для древесины в экстракте испытуемого образца;

d) количество каждого качественно определенного антисептика для древесины в материале игрушки, выраженное в концентрации, мг/кг;

e) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату анализа.

5.7 Консерванты

5.7.1 Сущность метода

Консерванты определяют по экстрактам материалов игрушек с помощью метода жидкостной хроматографии с ультрафиолетовым детектором (ЖХ-УФД) с использованием метода калибровки внешнего стандарта.

Примечание — Фенол определяют методом, указанным в 5.5.2.

5.7.2 Стандарты, реагенты и растворители

5.7.2.1 Стандарты

5.7.2.1.1 1,2-бензилизотиазолин-3-он.

5.7.2.1.2 2-метил-4-изотиазолин-3-он.

5.7.2.1.3 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-он (≈1,2 %)/2-метил-4-изотиазолин-3-он (≈0,3 %).

5.7.2.2 Растворители и реагенты

5.7.2.2.1 Ледяная уксусная кислота.

5.7.2.2.2 Метиловый спирт.

5.7.2.2.3 Уксусная кислота, 0,4 %-ный (по объему) водный раствор.

5.7.3 Стандартные растворы

Концентрированные стандартные растворы следует хранить в темноте при температуре (4 ± 2) °C и регулярно проверять их стабильность.

5.7.3.1 Исходный стандартный раствор 1,2-бензилизотиазолин-3-она (50 мг/л)

Взвешивают 10 мг 1,2-бензилизотиазолин-3-она (см. 5.7.2.1.1) с точностью до 0,1 мг в мерную колбу вместимостью 200 мл. После добавления 25 мл подвижной фазы содержимое тщательно перемешивают до растворения. Для полного растворения раствор помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин. Затем объем добавляют до метки подвижной фазой.

5.7.3.2 Исходный стандартный раствор 2-метил-4-изотиазолин-3-она (100 мг/л)

В мерную колбу вместимостью 100 мл взвешивают 10 мг 2-метил-4-изотиазолин-3-она (см. 5.7.2.1.2) с точностью до 0,1 мг. После добавления 25 мл подвижной фазы содержимое тщательно перемешивают до растворения. Для полного растворения раствор помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин. Затем объем добавляют до метки подвижной фазой (см. 5.7.2.2.3).

5.7.3.3 Исходный стандартный раствор 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-она (120 мг/л)

В мерную колбу вместимостью 100 мл взвешивают 1,0 г 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-она (см. 5.7.2.1.3). После добавления 25 мл подвижной фазы содержимое тщательно перемешивают до растворения. Затем объем доводят до метки подвижной фазой.

5.7.4 Средства измерений

5.7.4.1 Ванна ультразвуковая.

5.7.4.2 Пипетки калиброванные.

5.7.4.3 Гомогенизатор.

5.7.4.4 Центрифуга.

5.7.4.5 Хроматограф жидкостный с УФ-детектором.

Условия по методу ЖХ-УФД для определения изотиазолинона приведены ниже.

Колонка: С18, 120 Å, 18,5 мкм, эндкепированная, размерами 25 × 0,46 см.

Режим: изократическое элюирование.

Температура колонки: 27 °С.

Скорость потока: 1 мл/мин.

Объем инъекции: 30 мкл.

Подвижная фаза: метиловый спирт: водный раствор уксусной кислоты 0,4 % (20:80).

Длина волны УФ: 280 нм для 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-она и 2-метил-4-изотиазолин-3-она, 320 нм для 1,2-бензилизотиазолин-3-она.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.7.5 Выполнение измерений

5.7.5.1 Калибровочные растворы

5.7.5.1.1 Калибровочные растворы для 1,2-бензилизотиазолин-3-она

Из стандартного исходного раствора 1,2-бензилизотиазолин-3-она (см. 5.7.3.1) получают серию калибровочных растворов 1,2-бензилизотиазолин-3-она с концентрациями 1,25; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 мг/л в подвижной фазе.

5.7.5.1.2 Калибровочные растворы для 2-метил-4-изотиазолин-3-она

Из стандартного исходного раствора 2-метил-4-изотиазолин-3-она (см.5.7.3.2) получают серию калибровочных растворов метил-4-изотиазолин-3-она с концентрациями 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мг/л в подвижной фазе.

5.7.5.1.3 Калибровочные растворы для 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-она

Из стандартного исходного раствора 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-она (см. 5.7.3.3) получают серию калибровочных растворов 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-он с концентрациями 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-она 3; 6; 12; 18 и 24 в подвижной фазе.

Примечание — Калибровочные стандарты для 5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-она также содержат 2-метил-4-изотиазолин-3-он.

5.7.5.2 Определение консерванта

Определение ЖХ-УФ проводят в условиях, описанных в 5.7.4.5.1. Калибровочные растворы (см. 5.7.5.1) и соответствующий экстрактный раствор, полученный в соответствии с *ГОСТ 35306.10—2025* (8.2.3, 8.5.3, 8.7.3 или 8.9.3), должны быть введены микрошприцем.

5.7.6 Вычисление концентрации аналита

Концентрацию консерванта в экстракте можно определить непосредственно по калибровочной кривой, построенной с помощью калибровочных растворов.

Концентрацию консерванта для древесины $C_{др}$, мг/кг, в образце, вычисляют по формуле

$$C_{др} = \frac{C_{конс.экст}}{A} \cdot 15, \qquad (8)$$

где $C_{конс.экст}$ — концентрация консерванта в экстракте;

A — масса анализируемой пробы, взятой для анализа [см. *ГОСТ 35306.10—2025* (8.2.3, 8.5.3, 8.7.3 или 8.9.3)];

15 — коэффициент.

5.7.7 Предельное значение и точность

Предельное значение и точность приведены в таблице 23.

Таблица *23*

Наименование компонента	Предельное значение в материале игрушки, мг/кг	Средний процент восстановления при 2,5; 5,0 и 20,0 мг/л в играх с мыльными пузырями
1,2-бензилизотиазолин-3-он	2,2—5 (граница рабочего диапазона)	80
2-метил-4-изотиазолин-3-он	3,8—10	86
5-хлор-2-метил-4-изотиазолин-3-он	3,0—10	89

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.7.8 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) качественную идентификацию соответствующего консерванта в экстракте испытуемого образца;

d) количество каждого качественно определенного консерванта в материале игрушки, выраженное в концентрации, мг/кг;

e) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

f) дату анализа.

5.8 Пластификаторы

5.8.1 Сущность метода

Пластификаторы анализируют в экстракте материалов игрушек по методу ГХ-МСД с использованием внешнего стандарта, а также процедур калибровки внутреннего стандарта.

5.8.2 Стандарты, реагенты и растворители

5.8.2.1 Стандарты

5.8.2.1.1 Трифенилфосфат, номер CAS 115-86-6.

5.8.2.1.2 Три-*о*-крезилфосфат (три-*о*-толилфосфат), номер CAS 78-30-8.

5.8.2.1.3 Три-*м*-крезилфосфат (три-*м*-толилфосфат), номер CAS 563-04-2.

5.8.2.1.4 Три-*п*-крезилфосфат (три-*п*-толилфосфат), номер CAS 78-32-0.

5.8.2.1.5 Бензилбутилфталат (внутренний стандарт), номер CAS 85-68-7.

5.8.2.2 Реагенты и растворители

5.8.2.2.1 Ацетон.

5.8.2.2.2 Толуол.

5.8.2.2.3 Этилацетат.

5.8.2.2.4 Смесь растворителей: смесь 95 % толуола и 5 % этилацетата.

5.8.3 Стандартные растворы

5.8.3.1 Стандартный исходный раствор (120 мг/л)

Взвешивают от (12 ± 1) мг до 0,1 мг каждого пластификатора (см. 5.8.2.1.1—5.8.2.1.4) в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 25 мл ацетона, тщательно перемешивают до растворения, затем доливают ацетон до метки и повторно перемешивают.

5.8.3.2 Исходный раствор внутреннего стандарта — 10 мг/мл бензилбутилфталата в ацетоне

Помещают 100,0 мг бензилбутилфталата (см. 5.8.2.1.5) в мерную колбу вместимостью 10 мл, добавляют 5 мл ацетона, тщательно перемешивают до растворения, затем доливают ацетон до метки и повторно перемешивают.

5.8.3.3 Разбавленный раствор внутреннего стандарта — 1 мг/мл бензилбутилфталата в ацетоне

Помещают 1,0 мл исходного раствора (см. 5.8.3.2) в мерную колбу вместимостью 10 мл, добавляют 5 мл ацетона, тщательно перемешивают до растворения, затем доливают ацетон до метки и повторно перемешивают.

5.8.4 Средства измерений

5.8.4.1 Хроматограф газовый с МСД.

Инжектор:

режим: без разделения 1 мин;

газ-носитель: гелий;

температура инжектора: 275 °С;

объем инъекции: 1 мкл.

Колонка размерами 30 × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мкм (толщина пленки).

Программа печи: 100 °С (1 мин) — 7 °С/мин — 300 °С — 10 мин.

Детектор: МСД.

Температура линии передачи: 290 °С.

Режим: SIM.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

5.8.4.2 Ионы для количественного определения

Для каждого соединения с целью количественного определения следует использовать целевой ион. Ион подтверждения применяют для подтверждения соединения.

Примечание — Как правило, основной ион выбирают в качестве целевого иона, а ион со вторым по величине пиком в масс-спектре — в качестве подтверждающего иона. В случае взаимодействия с другими соединениями выбирают другие ионы. Целевой ион используют для количественного определения, а подтверждающий ион — для обнаружения соединения. Применение иона подтверждения снижает риск ложноположительных результатов, вызванных помехами. Допускается отклонение на 20 % от ожидаемого ответа на запрос подтверждения.

Целевые и подтверждающие ионы для пластификаторов представлены в таблице *24*.

Таблица *24*

Наименование соединения	Целевой ион, m/z	Подтверждающий ион, m/z
Трифенилфосфат	325	169
о-трикрезилфосфат; три-*о*-толилфосфат	165	179
м-трикрезилфосфат; три-*м*-толилфосфат	368	165
п-трикрезилфосфат; три-*п*-толилфосфат	368	165

Целевые и подтверждающие ионы для внутреннего стандарта представлены в таблице *25*.

Таблица *25* — Целевые и подтверждающие ионы для внутреннего стандарта

Наименование соединения	Целевой ион, m/z	Подтверждающий ион, m/z
Бензилбутилфталат (внутренний стандарт)	149	206

Временной интервал для зарегистрированных ионов приведен в таблице *26*.

Таблица *26* — Временной интервал для зарегистрированных ионов

Временной интервал, мин	Зарегистрированные ионы, m/z
27	149, 206
29	325, 169
31	165, 179, 368

5.8.5 Выполнение измерений

5.8.5.1 Общие положения

Всю стеклянную посуду и другие предметы, которые контактируют с образцом или стандартными или калибровочными растворами, следует дважды промыть ацетоном.

5.8.5.2 Калибровочные растворы

Готовят серию калибровочных растворов пластификатора, каждый из которых содержит внутренний стандарт 5 мг/л стандартного исходного раствора (5.8.3.1) и стандартного исходного раствора внутреннего стандарта (5.8.3.2) и имеет концентрации 0,3; 0,6; 1,2; 1,8 и 2,4 мг/л пластификатора, содержащегося в толуоле.

5.8.5.3 Определение пластификаторов

Подготавливают контрольный образец путем добавления 50 мкл исходного раствора внутреннего стандарта (см. 5.8.3.2) к 1000 мл воды.

К 100 мл экстракта, полученного по *ГОСТ 35306.10—2025* (6.4), добавляют 50 мкл разбавленного раствора внутреннего стандарта (см. 5.8.3.3).

Каждые 100 мл контрольного образца с добавлением раствора внутреннего стандарта и экстракта необходимо экстрагировать в течение 1 мин, встряхивая с 10 мл смеси растворителей (см. 5.8.2.2.4). После разделения фаз верхнюю фазу необходимо удалить.

Приступают к газохроматографическому определению с учетом положений 5.8.4. Для этого необходимо ввести калибровочные растворы (см. 5.8.5.2), контрольный образец с добавками и экстрактом.

После полного определения данных необходимо построить калибровочную кривую с соответствующими целевыми ионами и подтверждающими ионами. Следует использовать внутренний стандарт.

5.8.6 Вычисление концентрации аналита

Коэффициент площади пика необходимо вычислять для каждого из калибровочных растворов путем деления площади пика соответствующего калибровочного компонента на площадь внутреннего стандарта.

Концентрацию пластификатора в экстракте можно определить непосредственно по калибровочной кривой, построенной с помощью калибровочных растворов.

Примечание — Содержание пластификатора(ов), определенное в холостом образце, не должно превышать 10 % содержания в калибровочном растворе с наименьшей концентрацией.

Концентрацию пластификатора в водном растворе $C_{пл}$, мг/л, вычисляют по формуле

$$C_{пл} = \frac{C_{пл.экст}}{10}, \quad (9)$$

где $C_{пл.экст}$ — концентрация пластификатора в экстракте/водной вытяжке, мг/л.

5.8.7 Предельное значение и точность

Предельное значение и точность приведены в таблице *27*.

Таблица *27*

Наименование компонента	Граница рабочего диапазона в экстракте, мг/л	Относительное стандартное отклонение, % при 0,03 мг/л
Трифенилфосфат	0,03	4,6
о-трикрезилфосфат	0,03	5,9
м-трикрезилфосфат	0,03	5,0
п-трикрезилфосфат	0,03	3,7

Коэффициент корреляции $r > 0,995$.

5.8.8 Аналитический отчет

Аналитический отчет должен содержать следующую информацию:

a) описание и идентификацию испытуемой продукции и материалов;

b) обозначение настоящего стандарта;

c) результат анализа пластификаторов в экстракте материала игрушки, выраженный в концентрации, мг/л;

d) любое отклонение от установленной аналитической процедуры;

e) дату анализа.

Приложение А
(справочное)

Метод анализа летучих растворителей

А.1 Введение

Примечание — Процедуры, описанные в настоящем приложении, носят справочный, а не обязательный характер.

А.1.1 Общие сведения

Определение летучих растворителей необходимо для выявления безопасных материалов.

Оценку воздействия (нагрузки) при вдыхании летучих органических растворителей *(ЛОС)* можно выполнить аналитически посредством следующего поэтапного тестирования:

a) анализ общего количества растворителя, присутствующего в образце игрушки (этап 1);

b) определение начальной скорости испарения растворителя из образца игрушки (этап 2).

Этап 1 основан на наихудшем из возможных условий. Предполагается, что часть растворителя испаряется непосредственно из образца игрушки. По этой причине для оценки общего количества растворителя, присутствующего в игрушке, выбран статический метод ГХ-МСД (см. А.2) с высокой температурой испарения (90 °С).

На этапе 2 должен быть проведен анализ, по результатам которого имитируются условия реальной жизни и различаются краткосрочные и долгосрочные выбросы (таким образом, отражаются острое и хроническое воздействия на здоровье). Этого можно достичь путем измерения выбросов из проб в течение более длительных периодов времени с разным временем отбора проб. Для анализа газообразных выбросов игрушек использован метод динамической термической десорбции (см. А.3), при котором измеряют концентрации *ЛОС*.

А.1.2 Проведение анализа

Образцы игрушек анализируют с помощью статической ГХ-МСД в свободном пространстве либо с помощью метода термической десорбции по *ГОСТ ISO 16000-6*. Количества ЛОС на 1 г материала игрушки указаны в микрограммах, мкг.

А.1.2.1 Чувствительность метода термической десорбции значительно выше чувствительности метода статического парофазного анализа при той же температуре. Это достигается за счет работы в динамических условиях путем накопления ЛОС в охлаждаемой системе впрыска. С помощью данной процедуры пробы выбросов можно отбирать при предпочтительной температуре 40 °С.

А.1.2.2 Выбросы можно соотнести с объемом газа (объемом добываемого газа) и представить результаты, выраженные в микрограммах на кубический метр, мкг/м^3. Затем результаты можно сравнить с пределами, указанными в *ГОСТ 35305—2025* (таблица 7).

А.2 Метод статической парофазной ГХ-МСД

А.2.1 Сущность метода

ЛОС в игрушках определяют качественно и количественно с помощью метода ГХ-МСД. Образцы нагревают до температуры 90 °С в герметичном сосуде для образцов, что позволяет летучим компонентам испаряться из образца и находиться в газовой фазе над твердым веществом (паровое пространство). Эту температуру поддерживают в течение 45 мин, затем паровой газ извлекают из сосуда для образца и вводят непосредственно в систему ГХ-МСД для проведения анализа. Количественное определение ЛОС достигается применением толуола-d_8 в качестве раствора внутреннего стандарта.

А.2.2 Реагенты

Аналиты и растворители приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование соединения	CAS
Метиловый спирт (растворитель)	67-56-1
Толуол-d_8 (внутренний стандарт)	108-88-3
Бензол	71-43-2
Толуол	108-88-3
Этилбензол	100-41-4
Ксилол (все изомеры)	106-42-3/5

Окончание таблицы А.1

Наименование соединения	CAS
1,3,5-триметилбензол	108-67-8
Трихлорэтилен	79-01-6
Дихлорметан	75-09-2
н-гексан	110-54-3
Нитробензол	98-95-3
Циклогексанон	108-94-1
3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-он (изофорон)	78-59-1

А.2.3 Стандартные растворы

А.2.3.1 Общие положения

Готовят смешанный стандартный раствор бензола, толуола, этилбензола, ксилола (все соединения — изомеры), 1,3,5-триметилбензола, трихлорэтилена и дихлорметана. Отдельные исходные стандартные растворы следует приготовить для *н*-гексана, нитробензола, циклогексанона и 3,5,5-триметил-2-циклогексен-1-она (изофорона). Стандартные исходные растворы следует хранить в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С.

А.2.3.2 Стандартные исходные растворы (приблизительно 2 мг/мл)

(200 ± 20) мг соответствующего(их) растворителя(ей) (см. А.2.3.1) взвешивают с точностью до 1 мг в мерной колбе вместимостью 100 мл. Доводят метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают раствор.

При приготовлении смешанного стандартного исходного раствора начинают с растворителя с наименьшей летучестью или наиболее высокой температурой кипения.

А.2.3.3 Концентрированный исходный раствор внутреннего стандарта (приблизительно 2 мг/мл)

(200 ± 20) мг толуола-d_8 взвешивают по 1 мг в мерной колбе вместимостью 100 мл. Доводят метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают раствор.

А.2.3.4 Калибровочные растворы I (приблизительно 0,2 мг/мл)

Вносят 10 мл соответствующего стандартного исходного раствора (см. А.2.3.2) в мерную колбу вместимостью 100 мл, используя стеклянную мерную пипетку. Мерную колбу доводят метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают раствор.

А.2.3.5 Калибровочные растворы II (приблизительно 0,02 мг/мл)

10 мл калибровочного раствора I (см. А.2.3.4) переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл с помощью стеклянной мерной пипетки. Доводят метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают раствор.

А.2.3.6 Разбавление исходного раствора внутреннего стандарта (приблизительно 0,02 мг/мл)

Добавляют 10 мл исходного раствора внутреннего стандарта (см. А.2.3.3) в мерную колбу вместимостью 100 мл, используя стеклянную градуированную пипетку. Доводят метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают раствор.

А.2.4 Средства измерений

А.2.4.1 Хроматограф газовый с МСД и парофазным пробоотборником.

А.2.4.2 Условия анализа для парофазного анализа по методу ГХ-МСД приведены в таблице А.2.

Таблица А.2 — Статический анализ свободного пространства: условия анализа

Инжектор	
Режим	Без разделения 0,5 мин
Газ-носитель	Гелий
Температура инжектора	235 °С
Объем инжектора	Шприц 1 мл
Колонка	30 × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 1,45 мкм (толщина пленки) или эквивалентная колонка
Программа печи	40 °С (7 мин) — 10 °С/мин — 125 °С — 0 мин — 15 °С/мин — 250 °С (5 мин)
Детектор	Детектор типа «ионная ловушка» (ИТД)
Режим	SIM (детектирование выбранного иона)

А.2.5 Выполнение измерений

А.2.5.1 Подготовка проб

Взвешивают от (10 ± 5) мг анализируемого образца с точностью до 1 мг в мерной колбе вместимостью 20 мл и добавляют 10 мкл разбавленного раствора внутреннего стандарта (см. А.2.3.6). Сосуд с образцом должен быть незамедлительно закрыт. Перед проведением анализа методом ГХ-МСД сосуд с образцом нагревают до температуры 90 °С и выдерживают при этой температуре в течение 45 мин.

Примечания

1 Если необходимо определение ЛОС в образцах с низкой концентрацией, количество пробы можно увеличить до 300 мг.

2 Если образец состоит из нескольких различных материалов (например, детская палатка с материалами синего, красного и желтого цвета), требуется отдельное аналитическое определение этих различных материалов.

3 Соответствующую массовую долю различных материалов в образце определяют по отношению к общей массе образца, чтобы правильно вычислить значения выбросов всего образца.

А.2.5.2 Калибровочные растворы

Добавляют 5; 10; 25; 50 и 150 мкл калибровочного раствора II (см. А.2.3.5) и 10 мкл разбавленного раствора внутреннего стандарта (см. А.2.3.6) в соответствующее количество сосудов для проб вместимостью 20 мл. Сосуд с пробами предназначен для приготовления серии калибровочных растворов, содержащих примерно 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 и 3,0 мкг аналитов. Соответствующий сосуд с пробой необходимо закрыть непосредственно после добавления раствора внутреннего стандарта. Перед проведением анализа методом ГХ-МСД сосуд с пробой нагревают до температуры 90 °С и выдерживают при этой температуре в течение 45 мин.

А.2.5.3 Определение

Определение по методу ГХ проводят в условиях анализа, описанных в А.2.4.2. Газообразное соединение, выделенное из сосуда с пробой, приготовленной в соответствии с А.2.5.1, должно быть введено путем инъекции. С калибровочными растворами (см. А.2.5.2) следует поступить аналогичным образом.

Обнаружение и количественное определение ЛОС проводят с помощью метода ГХ-МСД. Целевой ион используют для количественного определения, а подтверждающие ионы — для качественного обнаружения соединения. В таблице А.3 приведены периоды времени удерживания и характерные фрагментные ионы выбранных ЛОС для метода парофазного анализа.

Таблица А.3 — Статический парофазный анализ: хроматографическое детектирование

Наименование компонента	Типичное время удерживания, мин	Целевые ионы, m/z	Подтверждающие ионы, m/z
Толуол-d_8 (внутренний стандарт)	11,4	98	100
Бензол	7,4	78	77/51
Толуол	11,5	91	92/89
Этилбензол	14,15	91	106/51
м- и *п*-ксилолы	14,5	91	106/105
о-ксилол	15,1	91	106/78
1,3,5-триметилбензол	16,8	105	120/119
Трихлорэтилен	8,8	130	95/132
Дихлорметан	3,4	49	84/86
н-гексан	4,7	57	85/43
Нитробензол	19,05	77	123/51
Циклогексанон	15,0	98	55/42
Изофорон	19,6	82	39/138

Для каждого калибровочного стандарта коэффициент площади пика следует вычислять путем деления площади пика целевого иона на площадь внутреннего стандарта (целевой ион 98). Калибровочную кривую получают путем построения графика отношения площади пика к концентрации соединения, мкг.

А.2.6 Вычисление концентрации аналита

Коэффициент площади пика компонента в образце вычисляют путем деления площади пика компонента (целевого иона) на площадь пика внутреннего стандарта (ВС целевого иона).

$$\text{Пиковое соотношение площади} = \frac{\text{пиковая площадь компонента (целевого иона)}}{\text{пиковая площадь ИС (целевой ион)}}. \quad (А.1)$$

Примечание — ВС = толуол-d_8 (целевой ион 98).

Количество ЛОС *y* вычисляют путем подстановки отношения площади пика в применимую калибровочную функцию по формуле

$$y = a \cdot x + b, \quad (А.2)$$

где *a* — *параметр линейной калибровочной функции;*

x — *концентрация ЛОС, мкг, вычисляемая по формуле*

$$x = \frac{(y(s) - b)}{a}, \quad (А.3)$$

где *s* — *отношение площади пика;*

b — параметр линейной калибровочной функции.

Концентрация x, мкг, выражена следующим образом:

$$x = \frac{x}{g}, \quad (А.4)$$

где g — параметр линейной калибровочной функции.

А.2.7 Точность

А.2.7.1 Предел обнаружения, предел количественного определения и предельное значение выбросов приведены в таблице А.4.

Таблица А.4

Наименование соединения	Предел обнаружения, мкг абс.	Предел количественного определения, мкг абс.	Предельное значение выбросов для материалов игрушки[a], мкг/л		
			Палатка	Надувная игрушка	Шлем
Бензол	0,03	0,09	—	—	—
Толуол	0,02	0,06	2	1	0,1
Этилбензол	0,04	0,11	10	5	0,5
м-/*п*-ксилол	0,03	0,09	10	5	0,5
о-ксилол	0,02	0,06			
1,3,5-триметилбензол	0,01	0,04	2	1	0,1
Трихлорэтилен	0,02	0,05	0,2	0,1	0,05
Дихлорметан	0,01	0,03	0,2	0,1	0,05
н-гексан	0,03	0,09	20	10	1
Нитробензол	0,06	0,17	0,2	0,2	0,2
Циклогексанон	0,03	0,07	0,5	0,25	0,1
Изофорон	0,04	0,12	10	5	0,5

[a] Эти пределы получены на основе результатов испытаний образцов игрушек в соответствии с методом статистической парофазной ГХ-МСД (А.2) и методом термической десорбции (А.3). Для типа игрушки, ее массы и объема приняты следующие значения: палатка — 1 кг и 1 м^3; надувная игрушка — 500 г и 25 м^3 (объем, в котором 10 % приходится на вдох); шлем — 200 г и 0,01 м^3 (внутренний объем). Эти пределы следует считать ориентировочными, и в том случае, когда предполагаемые значения могут быть заменены более точными, они могут быть скорректированы в соответствии с уравнением, полученным исходя из коэффициента относительной нагрузки (см. А.3.6.2).

А.2.7.2 Периодичность и системность

Периодичность метода статического парофазного анализа проверена путем измерения стандартных растворов и выбросов из трех образцов игрушек не менее пяти раз каждого. Калибровочные уровни для стандартных растворов и полученные результаты относительных стандартных отклонений приведены в таблице А.5. В таблице А.6 приведены результаты для трех образцов игрушек и соответствующие относительные стандартные отклонения.

Таблица А.5 — Статический анализ свободного пространства: калибровочные уровни для стандартных растворов и их относительные стандартные отклонения

Наименование соединения	Относительное стандартное отклонение[a], %					
	Шаг 1 0,1 мкг	Шаг 2 0,2 мкг	Шаг 3 0,4 мкг	Шаг 4 1 мкг	Шаг 5 2 мкг	Шаг 6 3 мкг
Бензол	2,4	3,8	0,8	14,0	6,0	—
Толуол	5,1	3,5	2,2	4,7	0,5	—
Этилбензол	10,1	7,3	4,7	14,4	5,2	—
м- и *п*-ксилолы	10,5	5,4	4,3	11,2	2,6	—
о-ксилол	4,2	4,9	4,8	12,6	12,5	—
1,3,5-триметилбензол	3,3	3,9	6,4	11,2	6,1	—
Трихлорэтилен	7,5	3,3	1,3	7,2	8,4	3,4
Дихлорметан	2,4	9,4	1,7	3,4	6,9	—
н-гексан	7,1	8,5	0,5	0,1	0,4	—
Нитробензол	12,4	6,8	3,5	3,4	—	—
Циклогексанон	4,7	4,8	5,7	3,9	—	6,5
Изофорон	7,9	9,0	7,8	—	—	0,2
[a] Для каждого уровня концентрации сделано пять определений.						

Таблица А.6 — Статический анализ свободного пространства: результаты для трех образцов игрушек

Наименование соединения	Анализ проб						
	1 мкг/г	2 мкг/г	3 мкг/г	4 мкг/г	5 мкг/г	Среднее значение *s*	Относительное стандартное отклонение, %
Образец игрушки 1							
Толуол	0,30	0,20	0,26	0,31	0,35	0,29	20,2
н-гексан	0,11	0,12	0,13	0,10	0,10	0,11	11,6
Циклогексанон	21,9	19,6	17,2	17,3	13,5	17,9	17,4
изофорон	43,4	48,4	44,6	37,0	36,1	41,9	12,5
Образец игрушки 2							
Толуол	2,35	2,65	2,25	2,93	2,28	2,56	11,9
н-гексан	0,15	0,13	0,16	0,15	0,21	0,15	18,8
Циклогексанон	9,4	9,0	7,2	10,3	13,4	9,9	23,3
Изофорон	15,1	15,1	30,6	20,4	15,9	19,4	34,0

Окончание таблицы А.6

Наименование соединения	Анализ проб						
	1 мкг/г	2 мкг/г	3 мкг/г	4 мкг/г	5 мкг/г	Среднее значение *s*	Относительное стандартное отклонение, %
Образец игрушки 3							
Толуол	0,85	0,72	0,74	0,82	0,90	0,81	9,3
Этилбензол	0,52	0,41	0,45	0,41	0,69	0,50	23,9
м-/*п*-ксилол	0,71	0,53	0,44	0,50	0,72	0,58	22,1
о-ксилол	0,43	0,45	0,37	0,39	0,71	0,47	29,3
н-гексан	0,20	0,18	0,19	0,22	0,20	0,20	7,5
1,3,5-триметилбензол	0,16	0,13	0,14	0,09	0,12	0,13	20,2

А.2.7.3 Линейность

Линейность определяли с использованием данных, полученных для установления точности и холостого значения. Указаны средние значения для каждой концентрации стандартных растворов, которые применены для проведения регрессионного анализа. Калибровочные кривые построены для пяти уровней концентрации. Данные, полученные для некоторых потенциальных растворителей, приведены в таблице А.7.

Таблица А.7 — Потенциальные растворители

Наименование соединения	Функция калибровки	Коэффициент корреляции
Бензол	$Y = 0{,}025\,0 + 3{,}521\,6x$	0,999 2
Толуол	$Y = 0{,}092\,2 + 4{,}607\,3x$	0,999 1
Этилбензол	$Y = 0{,}066\,1 + 4{,}192\,8x$	0,997 8
м- и *п*-ксилолы	$Y = 0{,}381\,3 + 3{,}499\,0x$	0,997 3
о-ксилол	$Y = 0{,}214\,3 + 3{,}711\,9x$	0,997 5
1,3,5-триметилбензол	$Y = 0{,}278\,6 + 3{,}383\,3x$	0,996 6
Трихлорэтилен	$Y = -0{,}098\,9 + 1{,}692\,4x$	0,999 0
Дихлорметан	$Y = -0{,}005\,0 + 1{,}783{,}5x$	0,999 6
н-гексан	$Y = -0{,}219\,0 + 3{,}262\,5x$	0,995 9
Нитробензол	$Y = -0{,}000\,1+ 4{,}409\,0x$	0,999 3
Циклогексанон	$Y = 0{,}045\,2 + 0{,}861\,4x$	0,998 8
Изофорон	$Y = 0{,}105\,5 + 2{,}073\,8x$	0,999 8

А.3 Метод ГХ-МСД с термической десорбцией

А.3.1 Сущность метода

Летучие органические соединения в игрушках качественно выявляют и количественно определяют методом ГХ-МСД с термической десорбцией.

Условия моделирования в воздушной среде: насыщенность воздуха в климатической камере составляет 0,1 $м^2/м^3$; температура воздуха в климатической камере — (22 ± 2) °С; время экспозиции — 24 ч.

А.3.2 Реагенты

А.3.2.1 Сорбирующий материал

Сорбент [поли(2,6-дифенил-*п*-фениленоксид)], размер частиц — от 0,18 до 0,25 мм (число ячеек: 60—80).

А.3.2.2 Аналиты и растворители

Перечислены в таблице А.1.

А.3.3 Стандартные растворы

Приведены в А.2.3.

А.3.4 Средства измерений

А.3.4.1 Хроматограф газовый с МСД.

А.3.4.2 Оборудование для метода ГХ-МСД с термической десорбцией

Прибор для нагрева образца до 40 °С в течение 15 мин при контролируемом притоке чистого воздуха или газа.

А.3.4.2.*1* Сорбционные трубки

Сорбционная трубка из стекла, нержавеющей стали или нержавеющей стали с силиконовым покрытием, заполненная не менее 200 мг сорбента.

Для фиксации сорбента в трубке используют фритту/марлю из нержавеющей стали или бессилановую стекловату. Пробирки заполняют и герметизируют/закрывают крышками.

Для сбора паров, выходящих из экстракционного устройства, последовательно соединяют две сорбционные трубки.

А.3.4.2.*2* Калибровочное устройство для трубок

Устройство для добавления жидких или газообразных стандартов в сорбционные трубки (см. А.3.4.2.1) с добавлением инертного газа по *ГОСТ ISO 16000-6*.

А.3.4.2.*3* Устройство для подготовки сорбционных трубок

Устройство для предварительной подготовки сорбционных трубок перед их использованием для сбора паров (см. А.3.4.2.*1*); либо само устройство термической десорбции (см. А.3.4.2.*4*) либо отдельное устройство с функцией нагрева трубки с добавлением очищенного газа-носителя.

А.3.4.2.*4* Устройство термической десорбции

Устройство термической десорбции, соответствующее требованиям *ГОСТ ISO 16000-6*.

А.3.4.3 Калибратор устройства измерения расхода

Для калибровки скорости потока газа следует использовать счетчик пузырьков или другое соответствующее устройство.

А.3.4.4 Аналитические условия термической десорбции *приведены в таблице А.8.*

Таблица А.8 — Термическая десорбция: аналитические условия

Наименование средства измерения	Условие анализа
Десорбционное устройство	Режим потока: без разделения. Начальная температура: 30 °С. Время задержки: 0,30 мин. Скорость повышения температуры: 60 °С/мин. Конечная температура: 300 °С. Заключительный этап: 5 мин. Линия передачи: 300 °С
Газ-носитель	Гелий 5,0
Колонка	5 % фенилполисифениленсилоксан (HP-Ultra 2) или одна эквивалентная колонка: 50 м; внутренний диаметр: 0,32 мм; толщина слоя: 0,25 мкм
Инжектор	Режим без разделения: 1,5 мин. Время удерживания: 0,5 мин
Холодная ловушка	Начальная температура: –150 °С. Скорость повышения температуры: 10 °С/с. Конечная температура: 300 °С. Заключительный этап: 3 мин. Стеклянная вставка заполнена Tenax TA™
Детектор:	МСД Диапазон сканирования: от 35 до 450 m/z

А.3.5 Выполнение измерений

А.3.5.1 Подготовка сорбционных трубок

А.3.5.1.1 Общие сведения

Предварительное кондиционирование, хранение кондиционированных сорбционных трубок, посткондиционирование и хранение сорбционных трубок, загруженных после отбора проб, проводят в соответствии с *ГОСТ ISO 16000-6*.

А.3.5.1.2 Предварительное кондиционирование сорбционных трубок

Перед использованием сорбционные трубки (см. А.3.4.2.*1*) кондиционируют в течение не менее 18 ч при скорости потока газа-носителя 100 мл/мин и температуре 330 °С с использованием устройства для подготовки трубок (см. А.3.4.2.*3*).

А.3.5.1.3 Хранение кондиционированных сорбционных трубок

Кондиционированные сорбционные трубки следует закрывать крышками и хранить в контейнере, не допускающем выбросов, при температуре окружающей среды.

А.3.5.1.4 Последующее кондиционирование предварительно подготовленных сорбционных трубок

Перед использованием предварительно кондиционированных сорбционных трубок необходимо удалить любые следы ЛОС, которые могли адсорбироваться в трубке, в течение 10 мин при температуре 300 °С. Холостое значение трубки определяют путем анализа незагруженных сорбционных трубок при обычных условиях, и оно является приемлемым в том случае, если случайные пики составляют менее 10 % площади пиков, соответствующих рассматриваемым аналитам. Таким образом, площади пиков должны составлять менее 10 % площади наименьшей стандартной концентрации. Если случайное значение слишком велико, кондиционирование необходимо повторить.

А.3.5.2 Подготовка проб и десорбция

Анализируемую пробу массой (50 ± 5) мг, взвешенную с точностью до 1 мг, помещают в оборудование для термической десорбции (см. А.3.4.2). Затем пробу необходимо экстрагировать в течение 15 мин при температуре 40 °С и скорости потока азота 20 мл/мин, при этом выделяющиеся ЛОС улавливаются в двух последовательно соединенных кондиционированных сорбционных трубках (см. А.3.4.2.*1*). Во избежание возможных потерь аналита эти загруженные сорбционные трубки следует анализировать не позднее чем через 1 мес после загрузки.

Перед анализом в загруженные сорбционные трубки вносят 10 мкл разбавленного раствора внутреннего стандарта (см. А.2.3.6), используя калибровочное устройство для трубок (см. А.3.4.2.*2*) при скорости потока азота 100 мл/мин. Сорбционные трубки следует повторно закрыть непосредственно после добавления внутреннего стандарта. При условиях, указанных в таблице А.8, сорбционные трубки должны десорбироваться в устройстве термической десорбции (см. А.3.4.2.*4*), а ЛОС — улавливаться во входном отверстии холодной ловушки. Для обеспечения полной десорбции захваченных ЛОС необходимо провести повторную десорбцию в тех же условиях. ЛОС анализируют методом ГХ-МСД (см. А.3.5.4).

А.3.5.3 Калибровочные растворы

Необходимо приготовить серию калибровочных растворов, содержащих примерно 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 и 3,0 мкг аналита, путем добавления соответственно 5; 10; 25; 50 и 150 мкл каждого в калибровочные растворы II (см. А.2.3.5), 10 мкл разбавленного раствора внутреннего стандарта (см. А.2.3.6) в соответствующее количество кондиционированных сорбционных трубок с использованием калибровочного устройства (см. А.3.4.2.*2*) при скорости потока азота 100 мл/мин. Соответствующую сорбционную трубку необходимо закрыть непосредственно после добавления раствора внутреннего стандарта.

Затем в приборе для термической десорбции необходимо термически десорбировать сорбционные трубки в тех же условиях термической десорбции, которые применены для анализа образцов.

А.3.5.4 Обнаружение и количественное определение

Анализ ЛОС следует проводить с помощью метода ГХ-МСД (см. таблицу А.8). Целевой ион предназначен для количественного определения, а подтверждающие ионы следует использовать для качественного обнаружения. В таблице А.9 приведены периоды времени удерживания и характерные фрагментные ионы ЛОС, выбранные для процесса термической десорбции.

Таблица А.9 — Термическая десорбция: хроматографическая идентификация

Наименование соединения	Предположительное время удерживания вещества, мин	Целевые ионы, m/z	Подтверждающие ионы, m/z
Толуол-d_8 (внутренний стандарт)	5,82	98	100
Бензол	4,57	78	77/51
Толуол	5,87	91	92/89
Этилбензол	7,13	91	106/51
м- и *п*-ксилолы	7,23	91	106/105
о-ксилол	7,56	91	106/78
1,3,5-триметилбензол	8,48	105	120/119
Трихлорэтилен	4,98	130	95/132
Дихлорметан	4,02	49	84/86

Окончание таблицы А.9

Наименование соединения	Предположительное время удерживания вещества, мин	Целевые ионы, m/z	Подтверждающие ионы, m/z
н-гексан	3,90	57	85/43
Нитробензол	9,97	77	123/51
Циклогексанон	7,53	98	98/42
Изофорон	10,34	82	39/138

Для каждого калибровочного стандарта коэффициент площади пика следует вычислять путем деления площади пика целевого иона на площадь внутреннего стандарта (целевой ион 98). Калибровочную кривую получают путем построения графика соотношения площадей пиков в зависимости от концентрации компонента, мкг. Диапазон линейности должен быть определен для каждого аналита.

А.3.6 Вычисление концентрации аналита

А.3.6.1 Вычисление выполнено в микрограммах на грамм, мкг/г (см. А.2.6).

А.3.6.2 Вычисление, мкг/м^3

Результаты метода термической десорбции, мкг/г, аналогичны приведенным и выраженным в микрограммах на кубический метр, мкг/м^3.

Сравнивают предельные значения. В качестве основы для расчетов использованы нижеперечисленные параметры.

Палатки и аналогичные изделия: основной объем игровой палатки — 1 м^3.

Шлемы и аналогичные изделия: контрольный объем — 0,01 м^3 (на основе антропометрических данных для максимального диаметра головы 25,6 см для 97-го перцентиля 12-летних мальчиков).

Надувные изделия: базовый объем — 25 м^3 (объем помещения) при условии, что вдыхается только 10 % этого объема.

В начале необходимо вычислить коэффициент нагрузки L, г/м^3, по формуле

$$L = \frac{M_a}{V_e}, \qquad (A.5)$$

где M_a — *масса анализируемой пробы, г;*

V_e — *объем сорбентной трубки, м^3.*

Затем этот коэффициент нагрузки соотносят с объемом стеклянной экстракционной трубки.

Пример для палаток и аналогичных изделий:

a) коэффициент загрузки детской комнаты: масса палатки, г/1 м^3 ($M_{игр}$/1 м^3);

b) объем сорбентной трубки V_e: 0,000 023 61 м^3.

Расчетный коэффициент загрузки сорбционной трубки L: $M_{игр}$/1 м^3→M_a/0,00002361 м^3.

Примечание — Либо выбирают эту вычисленную массу для анализа, либо связывают с другой вычисленной массой.

С помощью этой вычисленной массы можно определить абсолютные выбросы $M_{абс}$, которые происходят при ожидаемых условиях.

Также необходимо соотнести значения выбросов с объемом экстрагируемого газа $V_{газ}$, л (скорость потока азота 20 мл/мин за 15 мин = 300 мл) и вычислить концентрацию ЛОС C_x, мкг/м^3, по формуле

$$C_x \rightarrow \frac{M_{абс} \cdot 1000}{V_{газ}}. \qquad (A.6)$$

Концентрацию количества ЛОС в трубке сорбента C_x, мкг/м^3, вычисляют по формуле

$$C_x = \frac{M_{абс} V_e M_{игр}}{V_{газ} M_a V_{ref}} \cdot 1000 = \frac{M_{абс}}{V_{газ}} \cdot L_{rel} \cdot 1000, \qquad (A.7)$$

где $M_{абс}$ — масса всех ЛОС из пробы анализа, мкг;

V_e — объем сорбентной трубки, м^3;

$M_{игр}$ — общая масса образца игрушки, г;

$V_{газ}$ — объем экстрагируемого газа (время отбора проб × расход азота), л;

M_a — масса анализируемой пробы, г;

V_{ref} — заданный эталонный объем, м^3;

L_{rel} — относительный коэффициент нагрузки, равный $M_{игр}\, V_e/V_{ref}\, M_{абс}$.

А.3.7 Точность

А.3.7.1 Предел обнаружения, предел количественного определения и предельное значение выбросов приведены в таблице А.10.

Предел обнаружения и предел количественного определения устанавливали путем пяти повторных вводов наименьшей стандартной концентрации, вводимой непосредственно в кондиционируемую трубку сорбента, при этом анализ и вычисление значений выбросов проводили так же, как и для проб (см. А.3.6.2).

Таблица А.10 — Предел обнаружения, предел количественного определения и предельное значение выбросов

Наименование соединения	Предел обнаружения[a], мкг/м^3	Предел определения[a], мкг/м^3	Предельное значение выбросов из материала игрушки, мкг/м^3
Бензол	7,9	24	—
Толуол	7,9	24	260
Этилбензол	6,3	19	5000
м- и *п*-ксилолы	3,1	9	870 (в итоге)
о-ксилол	6,3	19	
1,3,5-триметилбензол	7,9	24	2500
Трихлорэтилен	11,0	33	33 (предел рабочего диапазона)
Дихлорметан	11,0	33	3000
н-гексан	14,2	43	1800
Нитробензол	11,0	33	33 (предел рабочего диапазона)
Циклогексанон	9,4	28	136
Изофорон	9,4	28	200

[a] Предельные значения применимы к палатке при наличии следующих допущений: V_e = 0,000 023 61 м^3; $M_{игр}$ = 1000 г; M_a = 0,050 г и V_{ref} = 1 м^3.

А.3.7.2 Периодичность и системность

Этапы калибровки стандартных растворов и относительных стандартных отклонений приведены в таблицах А.11, *А.12*.

Таблица А.11

Наименование соединения	Относительное стандартное отклонение[a], %					
	Шаг 1 0,02 мкг	Шаг 2 0,04 мкг	Шаг 3 0,1 мкг	Шаг 4 0,2 мкг	Шаг 5 1 мкг	Шаг 6 2 мкг
Бензол	12,5	7,0	2,7	1,0	7,3	3,3
Толуол	13,6	7,2	10,6	0,8	12,9	14,8
Этилбензол	1,9	5,6	0,5	8,3	11,7	13,3
м- и *п*-ксилолы	—	1,2	9,9	1,4	1,4[b]	13,0
о-ксилол	5,3	13,4	9,2	10,2	8,2	0,9
1,3,5-триметилбензол	1,6	3,0	7,6	2,3	4,8	13,7
Трихлорэтилен	3,3	4,1	6,9	8,6	12,4	—
Дихлорметан	8,5	8,9	0,3	2,5	2,2	—
н-гексан	3,8	1,8	3,7	—	0,2	3,8
Нитробензол	8,4	2,7	3,4	1,3	1,0	—

[a] Для каждого уровня концентрации сделано пять определений.
[b] Уровень 0,4 мкг.

Таблица А.12

Наименование соединения	Относительное стандартное отклонение[a], %					
	Шаг 1 0,04 мкг	Шаг 2 0,1 мкг	Шаг 3 0,4 мкг	Шаг 4 1 мкг	Шаг 5 3 мкг	Шаг 6 5 мкг
Циклогексанон	5,1	4,2	5,1	0,6	2,2	0,4
Изофорон	6,6	0,4	0,5	2,4	1,1	1,7
[a] Для каждого уровня концентрации сделано пять определений.						

Результаты анализа проб приведены в таблицах А.*13,* А.*14*.

Таблица А.*13* — Результаты анализа проб игрушки с высокой степенью концентрации

Наименование соединения	Результаты анализа проб						
	1 мкг/м^3	2 мкг/м^3	3 мкг/м^3	4 мкг/м^3	5 мкг/м^3	Среднее значение *s*	Относительное стандартное отклонение, %
Толуол	209	215	252	355	235	253	23,5
Этилбензол	88	77	84	69	60	76	15,0
Ксилол	148	142	167	148	152	151	6,2
1,3,5-триметилбензол	13,1	8,4	13,6	13,8	12,5	12,3	18,1
Циклогексанон	6890	5490	6140	5640	6270	6090	9,1
Изофорон	20 900	19 200	19 200	15 400	17 400	18 400	11,5
TVOC[a]	37 700	25 000	36 500	30 700	34 500	32 900	15,7
[a] TVOC — общее количество ЛОС (сумма ЛОС).							

Таблица А.*14* — Результаты анализа проб игрушки с низким уровнем концентрации

Наименование соединения	Результаты анализа проб						
	1 мкг/м^3	2 мкг/м^3	3 мкг/м^3	4 мкг/м^3	5 мкг/м^3	Среднее значение *s*	Относительное стандартное отклонение, %
Толуол	13,1	10,9	15,3	13,5	13,0	13,2	11,9
Этилбензол	0,5	0,55	0,6	0,6	0,6	0,57	7,8
Ксилол (все изомеры)	0,85	1,0	0,8	0,8	0,8	0,85	10,2
1,3,5-триметилбензол	0,2	0,2	0,2	0,3	0,2	0,22	20,3

А.3.7.3 Линейность

В таблице А.*15* приведены данные, полученные для некоторых рассматриваемых растворителей.

Таблица А.*15* — Рассматриваемые растворители

Наименование соединения	Функция калибровки	*Коэффициент корреляции*
Бензол	$Y = 0{,}065\ 5 + 4{,}428\ 4x$	0,999 8
Толуол	$Y = 0{,}074\ 2 + 4{,}471\ 4x$	0,999 6
Этилбензол	$Y = 0{,}110\ 4 + 5{,}073\ 4x$	0,998 6
м- и *п*-ксилолы	$Y = 0{,}089\ 1 + 4{,}374\ 7x$	0,999 2
о-ксилол	$Y = 0{,}047\ 7 + 4{,}474\ 1\ 7x$	1,000 0

Окончание таблицы А.15

Наименование соединения	Функция калибровки	*Коэффициент корреляции*
1,3,5-триметилбензол	Y = 0,035 0 + 4,848 5x	0,999 6
Трихлорэтилен	Y = 0,012 0 + 0,998 4x	0,999 8
Дихлорметан	Y = 0,030 3 + 1,639x	0,999 5
н-гексан	Y = –0,026 0 + 5,480 2x	0,999 9
Нитробензол	Y = –0,087 4 + 3,710x	0,996 4
Циклогексанон	Y = –0,088 1 + 2,722 7x	1,000 0
Изофорон	Y = 0,226 9 + 4,897 8x	0,997 2

Приложение *В*
(справочное)

Красители. Конформационный анализ

В.1 Условия инструментальной жидкостной хроматографии (ЖХ) с масс-селективным детектором (ЖХ-МСД) для конформационного анализа

Колонка: С12, 80 Å, закрытая ТМС, размерами 150 × 2 мм
Подвижная фаза А: ацетат аммония, 10 ммоль/л до pH 3,6.
Подвижная фаза В: ацетонитрил.
Скорость потока: 0,3 мл/мин.
Градиентная программа приведена в таблице *В*.1.

Примечание — Допускается использовать другую колонку с характеристиками не ниже вышеуказанных.

Таблица *В*.1 — Градиентная программа

Время, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза В, %
0	60,0	40,0
0,15	40,0	60,0
25,0	20,0	80,0
28,0	20,0	80,0
30,0	60,0	40,0
32,0	60,0	40,0

В.2 Конформационный анализ ЖХ и жидкостной хроматографии с двумя масс-селективными детекторами (ЖХ-МСД-МСД)

При определении массы ионов для каждого красителя установлено, что целевой ион желтый растворитель 2, целевой ион желтый растворитель 3 имеют ион одинаковой массы (M^+ 226,1). При проверке селективной записи ионных хроматограмм SIR обнаружено на хроматограмме два четко разделенных пика M^+ 226,1.

Также обнаружено, что на хроматограммах присутствовали дополнительные, совершенно неожиданные пики. Это произошло из-за примесей в тех красителях, которые имели практически ту же массу, что и рассматриваемые красители.

Эти два спорных момента преодолены по методу ЖХ-МСД-МСД. Эта технология, позволяющая точно идентифицировать соединения, стала коммерчески доступной только с начала 1990-х гг. При использовании метода ЖХ-МСД обычно не фрагментируются соединения так, как это происходит при применении метода ГХ-МСД, когда чаще всего ион M^+ остается нетронутым. С появлением двух МСД-МСД первый МСД можно использовать для «выделения» конкретного иона M^+. Затем этот ион фрагментируется в ячейке столкновений, и фрагменты (дочерние элементы) могут быть обнаружены с помощью второго МСД. Первоначальное предварительное разделение иона M^+ в сочетании с равномерной фрагментацией иона обеспечивает предельно низкую неопределенность идентификации. С помощью этой процедуры можно соотнести два пика на хроматограмме иона M^+ 226.1. Данный метод работы также показывает низкую интерференцию хроматограмм из-за наличия примесей.

Примечание — Нижеприведенные условия оказались наиболее подходящими для анализа красителей.

Полярность: электрораспыление положительных ионов (ES^+).
Капилляр: 3,00 кВ.
Температура источника: 120 °С.
Температура десольватации: 400 °С.
Расход конусного газа: 105 л/ч.
Расход десольватационного газа: 619 л/ч.
Напряжение В: 650 В.

Приложение С
(справочное)

Классификация химических реактивов, принятая в других странах

С.1 Квалификация химических реактивов

Квалификация химических реактивов, принятая в других странах, приведена в таблице С.1.

Таблица С.1

Обозначение	*Квалификация*	*Процентное содержание основного химического вещества*	*Характеристика*
«тех.»	*Технический*	*Менее 95 %*	*Низшая квалификация реактива. Цвет полосы на упаковке — светло-коричневый*
«ч.» *«pur.»*	*Чистый* *Purum*	*Более 98 %*	*Такие реактивы содержат всего 0,1 % примесей. Цвет полосы на упаковке — зеленый*
«ч. д. а.» *«р. а.»*	*Чистый для анализа* *Pro Analysi*	*99 %*	*Эта квалификация характеризует аналитическое применение реактива. Цвет полосы на упаковке — синий*
«х. ч.» *«puriss.»*	*Химически чистый* *Purissimum*	*99,9 %*	*Высшая степень чистоты химического реактива.* *Вещество не должно иметь посторонних запахов и окраски и по внешнему виду должно соответствовать литературному описанию. Цвет полосы на упаковке — красный*
«сп. ч.»	*Спектрально чистый*	*Более 99,9 %*	*Предназначены лишь для специальных целей, когда даже миллионные доли процента примеси являются совершенно недопустимыми*
«ос. ч.» *«puriss. spec.»*	*Особо чистый* *Purissimum speciale*	*Более 99,9 %*	*Минимальное содержание отдельных примесей (от 0,00001 % до 0,0000000001 %) и максимально допустимая сумма определяемых примесей. Цвет полосы на упаковке реактивов ос. ч. — желтый*
extra pure	*Особо чистый*	*99 %*	*Квалификация extra pure проходит контроль по большому количеству параметров. И эта квалификация отличается особой чистотой: процентное содержание основного химического вещества — не менее 99 %*
for synthesis	*Для синтеза*	*Не более 99 %*	*Квалификация for synthesis (относительно небольшое количество контролируемых показателей) имеет более доступную стоимость. Большая часть реактивов из этой группы имеет процентное содержание основного химического вещества около 99 %*
GR for analysis	*Для анализа*	*Менее 99 %*	*Квалификация GR for analysis изготавливается для осуществления химико-аналитического контроля.* *Эти вещества особо чистые, они проходят контроль по наибольшему количеству параметров*

С.2 Классификация химических реактивов, принятая в других странах

Reagent A.C.S. — реагент высокого качества для лабораторного использования в соответствии с требованиями Американского химического общества.

USP (Фармакопея США) — вещества, изготовленные в соответствии с действующими правилами производства и удовлетворяющие требованиям Фармакопеи США.

BP (Фармакопея Британская) — вещества, изготовленные в соответствии с действующими правилами производства и удовлетворяющие требованиям Фармакопеи Британской.

DAB (Фармакопея Германии) — вещества, изготовленные в соответствии с действующими правилами производства и удовлетворяющие требованиям Фармакопеи Германии.

Ph. Eur (Фармакопея Европейская) — вещества, изготовленные в соответствии с действующими правилами производства и удовлетворяющие требованиям Фармакопеи Европейской.

HAB (Фармакопея немецкая гомеопатическая) — вещества, изготовленные в соответствии с действующими правилами производства и удовлетворяющие требованиям немецкой гомеопатической Фармакопеи.

Guaranteed Reagent (Гарантированный реагент) — реагент для использования в аналитической химии, который отвечает требованиям Американского химического общества или превосходит их.

AR (Аналитический реагент) — стандартная классификация аналитических реагентов Маллинкродта, подходящих для лабораторного и общего использования. Если реагент также отвечает требованиям Комиссии Американского химического общества по аналитическим реагентам, он будет отмечен как реагент AR.

Первичный стандарт (Primary Standard) — аналитический реагент исключительной частоты, изготовленный специально для стандартизованных волюметрических растворов и приготовления эталонных образцов.

Reagent (Реагент) — высочайшее качество, коммерчески доступное для данного химического вещества. Американское химическое общество официально не устанавливало спецификаций для данного материала.

OR (Органические реагенты) — органические реагенты, которые подходят для проведения исследований.

Purified (Очищенное вещество) — химическое вещество высокого качества в ситуации, когда официальные стандарты отсутствуют. Эту классификацию обычно применяют только к неорганическим химическим веществам.

Practical (Вещество, пригодное для практического использования) — химическое вещество надлежащего качества в ситуации, когда официальные стандарты отсутствуют. Пригодно для использования в задачах общего назначения. Органические вещества этого класса могут содержать небольшое количество изомеров промежуточных форм.

LabGrade (Лабораторное вещество) — растворители, пригодные для использования в гистологии и общем лабораторном применении.

C.3 USP/GenAR — химические вещества, изготовленные в соответствии с GMP и удовлетворяющие применимым требованиям 1995 USP 23, Фармакопеи Европейской (Ph. Eur.EP) и Британской Фармакопеи (BP), а также прошедших эндотоксинное тестирование (LAL) при необходимости

NF — химические вещества, соответствующие требованиям Национального фармакологического справочника.

FCC — продукты, соответствующие требованиям Кодекса пищевых химикатов.

Химически чистое вещество (CP) — вещества, чистота которых позволяет их использовать в общих ситуациях.

Technical (Вещество, пригодное для технических целей) — вещество, подходящее для общего промышленного применения.

C.4 Стандартные растворы

Standardized Solintions (Стандартизованные растворы) — растворы приготовлены из исходных материалов, которые отвечают требованиям Американского химического общества или превосходят их. Если эти требования не установлены, используют химические компоненты высочайшей очистки из других возможных. Все водные растворы приготавливают с применением деионизированной воды высокой очистки, отвечающей требованиям классификации реагентов ASTM типа 1. Эти растворы стандартизованы в соответствии со стандартами NIST или первичными стандартами (только из растворов, изготовленных из компонентов классификации «Реагент»).

StandARd — растворы, приготовленные с использованием титрации и стандартов атомической абсорбции. Эти растворы пригодны для использования в методах ACS, USP и NF и общего применения в лаборатории.

Acculute — стандартные волюметрические концентраты растворов, упакованные в ампулы или запечатанные бутылки.

C.5 Индивидуальные обозначения

Дополнительно к вышеуказанным квалификациям химических реактивов по степени чистоты некоторые производители используют индивидуальные обозначения:

MP Biomedicals:

UP (Ultra-Pure) — очень чистый, реальная чистота зависит от вещества.

C (Compendial) — соответствует фармакопейной статье.

PanReac Applichem:

BioChemical — реагенты для университетов при исследовании и разработке в биохимии, молекулярной биологии и биотехнологической индустрии;

Chemicals — реагенты для качественного контроля в фармацевтическом и пищевом производстве, экологических лабораторий и химической промышленности в целом;

Microbiology product — реагенты для экологических анализов воды, воздуха и поверхности, также для пищевой, фармацевтической и косметической промышленности;

Excipients — сырье для фармацевтической, пищевой, биофармацевтической, ветеринарной и косметической промышленности.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов европейским стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном европейском стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного европейского стандарта
ГОСТ 35305—2025 (EN 71-9:2005)	MOD	EN 71-9:2005 «Безопасность игрушек. Часть 9. Органические химические соединения. Требования»
ГОСТ 35306.10—2025 (EN 71-10:2005)	MOD	EN 71-10:2005 «Безопасность игрушек. Часть 10. Органические химические соединения. Подготовка и извлечение испытательных образцов»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты.		

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем европейского стандарта

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта			Структура европейского стандарта EN 71-1:2005		
Разделы	Пункты	Подпункты	Разделы	Пункты	Подпункты
Раздел 5	5.2	5.2.6, 5.2.6.1, 5.2.6.2, 5.2.6.3, 5.2.6.4; 5.2.7, 5.2.8	Раздел 5	5.2	5.2.6, 5.2.7
Приложения		A	Приложения		A
		—			B
		B			C
		C			—
		—			ZA
		ДА			—
		ДБ			—
—	—	—	Библиография		—

Примечание — Сопоставление структуры стандартов приведено начиная с раздела 5, т. к. предыдущие разделы стандартов и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.

УДК 688.72:006.354 МКС 97.200.50 MOD

Ключевые слова: безопасность, игрушки, органические соединения, требования, методы анализа

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 18.08.2025. Подписано в печать 28.08.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 6,05. Уч.-изд. л. 5,14.

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