МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 71-5— 2014

Игрушки.

Требования безопасности

Часть 5

ИГРОВЫЕ КОМПЛЕКТЫ (НАБОРЫ), ВКЛЮЧАЮЩИЕ ХИМИЧЕСКИЕ ВЕЩЕСТВА И НЕ ОТНОСЯЩИЕСЯ К НАБОРАМ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ОПЫТОВ

(EN 71-5:2013, Safety of toys — Part 5: Chemical toys (sets) other than experimental sets, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 сентября 2016 г. № 1197-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 71-5—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 71-5:2013 «Безопасность игрушек. Часть 5. Игровые комплекты (наборы), включающие химические вещества и не относящиеся к наборам для проведения химических опытов» («Safety of toys — Part 5: Chemical toys (sets) other than experimental sets», IDT)

Европейский стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 52 «Безопасность игрушек» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Европейский стандарт, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, реализует существенные требования Директивы ЕС 2009/48/ЕС, приведенные в приложении ZA.

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского стандарта в связи с особенностями построения межгосударственной системы стандартизации.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных европейских стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на европейские стандарты актуализированы.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет.

© Стандартинформ, 2016

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 Наборы для производства гипсовых слепков 3
5 Керамические материалы и эмали для стеклования, поставляемые в наборах для оборудования художественных мини-мастерских 3
6 Наборы, включающие формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи 4
7 Наборы для художественного литья 5
8 Клеи, краски, лаки, олифа, разбавители и очистители (растворители), включенные или рекомендуемые для включения в наборы для моделирования 7
9 Маркировка 14
10 Инструкции по применению 14
11 Методы испытания 16
Приложение А (обязательное) Меры предосторожности для защиты окружающей среды, здоровья и безопасности 56
Приложение В (справочное) Органические растворители 57
Приложение С (справочное) Максимально допустимые концентрации элементов для соединений в керамических материалах и эмалях для стеклования 58
Приложение D (справочное) Валидация методов испытания 59
Приложение Е (справочное) Обоснование 60
Приложение ZA (справочное) Взаимосвязь между европейским стандартом и существенными требованиями директивы ЕС 61
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов межгосударственным стандартам 62
Библиография 63

Введение

Целью настоящего стандарта является снижение рисков, которые могут представлять опасность для здоровья ребенка с учетом его поведения, при использовании по назначению игровых комплектов, включающих химические вещества.

При использовании игровых комплектов, включающих химические вещества, потенциальные риски должны быть минимизированы посредством обеспечения соответствующей информацией, уделяя особое внимание возможным опасностям, рискам и другим проблемам.

Номера Рабочего химического реестра (CAS) и Европейского кадастра существующих химических веществ (EINECS), указанные в таблицах, приводятся только в качестве информационного материала.

Настоящий стандарт — один из комплекса стандартов по безопасности игрушек EN 71.

Настоящий стандарт предназначен для использования совместно с EN 71-1—EN 71-3.

EN 71 состоит из следующих частей, имеющих групповой заголовок «Безопасность игрушек»:

- часть 1. Механические и физические свойства;
- часть 2. Воспламеняемость;
- часть 3. Миграция элементов;
- часть 4. Наборы для химических опытов и аналогичных занятий;
- часть 5. Игровые комплекты (наборы), включающие химические вещества и не относящиеся к наборам для проведения химических опытов;
- часть 7. Краски для рисования пальцем. Требования и методы испытаний;
- часть 8. Игрушки для активного отдыха для домашнего использования;
- часть 9. Органические химические соединения. Требования;
- часть 10. Органические химические соединения. Подготовка проб и экстракция;
- часть 11. Органические химические соединения. Методы анализа;
- часть 12. N-нитрозамины и вещества, преобразуемые в N-нитрозамины;
- часть 13. Обонятельные настольные игры, настольные игры вкусовые, косметические наборы и наборы вкусовые;
- часть 14. Батуты для домашнего использования.

Определения терминов, выделенных *курсивом*, приведены в разделе 3.

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

Игрушки.
Требования безопасности

Часть 5

ИГРОВЫЕ КОМПЛЕКТЫ (НАБОРЫ), ВКЛЮЧАЮЩИЕ ХИМИЧЕСКИЕ ВЕЩЕСТВА И НЕ ОТНОСЯЩИЕСЯ К НАБОРАМ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ОПЫТОВ

Toys. Safety requirements. Part 5 Chemical toys (sets) other than experimental sets

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования и методы испытаний для веществ и материалов, используемых в *химических игрушках* (наборах), кроме *наборов для опытов.* К ним относятся:

- вещества и смеси, классифицируемые как опасные по законодательству ЕС, применимому к опасным веществам и смесям [5];
- вещества и смеси в количествах, которых могут нанести вред здоровью детей, использующих эти вещества, и которые не классифицированы в качестве опасных вышеуказанным законодательством;
- любое другое химическое вещество (а) и смесь (и), поставляемые в комплекте в игровых наборах.

Примечание — Термины «вещество» и «смесь» применяются в Регламенте (ЕС) № 1907/2006 и Регламенте CLP (ЕС) № 1272/2008.

Настоящий стандарт устанавливает требования также к маркировке, предупреждающим надписям, требованиям безопасности, перечню входящих в набор веществ, инструкции по применению, информации по оказанию первой медицинской помощи.

Настоящий стандарт распространяется:

- на наборы для производства гипсовых слепков;
- керамические материалы и эмали для стеклования, поставляемые в наборах для оборудования художественных мини-мастерских;
- наборы, включающие формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи;
- наборы для художественного литья;
- наборы для заливки;
- клеи, краски, лаки, разбавители и очистители (растворители), поставляемые или рекомендуемые для включения *в наборы для моделирования.*

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN ISO 3104:1994 Petroleum products — Transparent and opaque liquids — Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity (Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости)

EN ISO 3219:1994 Plastics — Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions — Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate (Пластмассы. Полимеры в жидком, эмульгированном или дисперсном состоянии. Определение вязкости с помощью ротационного вискозиметра с заданной скоростью сдвига)

Издание официальное

EN ISO 3696:1995 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

EN ISO 22854:2008 Liquid petroleum products — Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline — Multidimensional gas chromatography method (Нефтепродукты жидкие. Определение типов углеводородов и кислородсодержащих соединений в автомобильном бензине. Метод многомерной газовой хроматографии).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **химическая игрушка** (chemical toy): Игрушка, предназначенная для непосредственного использования химических веществ и смесей определенной возрастной группой детей под присмотром взрослого.

[EN 71-4:2013 (терминологическая статья 3.1)]

3.2 **набор для опытов** (experimental set): *Химическая игрушка*, экспериментально-исследовательского или креативного (творческого) характера, включающая химические вещества и/или смеси, поставляемые вместе с оборудованием или без него.

[EN 71-4:2013 (терминологическая статья 3.2)]

3.3 **набор для производства гипсовых слепков** (plaster of Paris (gypsum) moulding set): Игрушка, включающая формы для литья, в которые наливается смесь воды и гипса с последующим отвердеванием.

Примечание 1 — *Гипс* представляет собой преимущественно полугидратированный сернокислый кальций $CaSO_4 \cdot 0{,}5H_2O$.

Примечание 2 — *Набор для производства гипсовых слепков* может быть использован, например, для изготовления фигурок и тарелок.

3.4 **керамические материалы и эмали для стеклования, поставляемые в наборах для оборудования художественных мини-мастерских** (ceramic and vitreous enamelling materials supplied in miniature workshop set): Игрушка, включающая керамические глазури и эмали для стеклования (прозрачные, матовые или окрашенные), которые после добавления воды наносятся на керамические и металлические предметы для получения гладких покрытий после сушки и обжига при температуре свыше 700 °С.

3.5 **набор, включающий формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи** (oven-hardening plasticized PVC modelling clay set): Игрушка, предназначенная для использования при изготовлении различных видов фигурок, брошек, бижутерии и т. д. методом обжига в печи при температуре от 100 °С до 130 °С.

3.6 **набор для художественного литья** (plastic moulding set): Игрушка, заменяющая керамические материалы и используемая при изготовлении декоративных изделий или макетов методом плавления полимера при обжиге в печи при температуре не более 180 °С.

3.7 **набор для заливки** (embedding set): Игрушка, используемая для помещения в нее и сохранения некоторых изделий в прозрачном материале.

3.8 **набор для моделирования** (model set): Изделие, используемое для сборки и покрытия моделей, которые поставляются в наборе с рекомендуемыми клеями, красками, лаками, растворителями и очистителями.

Примечание — Примерами таких моделей являются автомобили, аэропланы, дома и корабли.

3.9 **клей** (adhesive): Неметаллическое вещество, используемое для поверхностного соединения материалов (адгезия), характеризуемого соответствующей внутренней прочностью (сцепление).

3.10 **краски и лаки на водной основе** (water-based paints and lacquers): Пигментированный материал на водной основе, который при нанесении его в жидком виде на поверхность образует через некоторое время плотно прилегающую сухую пленку или покрытие.

3.11 **краски и лаки, содержащие растворители** (solvent based paints and lacquers): Пигментированный материал, содержащий растворитель, который при нанесении его на поверхность образует через некоторое время плотно прилегающую сухую пленку или покрытие.

3.12 **олифа** (varnish): Краска низкой вязкости.

3.13 **разбавители и очистители** (thinners and cleaning agents), **растворители** (solvents): Вещества, обеспечивающие надлежащую вязкость красок и лаков, используемые также для очистки инструментов и кистей.

4 Наборы для производства гипсовых слепков

Примечание — Гипс для слепков не является вредным для здоровья материалом, но при попадании порошка в легкие или в желудок там могут образовываться твердые комки.

4.1 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 5 лет.

4.2 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае попадания в глаза обильно промыть глаза водой. Незамедлительно обратиться к врачу»;
- «При проглатывании прополоскать обильно водой рот, выпить свежей воды. Не вызывать рвоты. Незамедлительно обратиться к врачу».

4.3 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не класть вещество в рот»;
- «Не вдыхать пыль или порошок»;
- «Не прикладывать к телу».

5 Керамические материалы и эмали для стеклования, поставляемые в наборах для оборудования художественных мини-мастерских

5.1 Химические смеси

Керамические глазури и эмали для стеклования представляют собой готовые к использованию вещества и смеси, указанные в таблице 1. В каждой смеси должно быть не более одного из пигментов, указанных в таблице 1, с предельным его содержанием в глазури. Максимальная масса каждой готовой к использованию смеси, поставляемой в наборе, не должна превышать 50 г.

Примечание — *Керамическая глазурь* — стекловидный неорганический силикатный материал. Керамическая фритта — стекловидный неорганический силикатный материал, содержащий пигмент. Эти готовые к использованию смеси керамической глазури включают окислы металлов и другие химические соединения.

Таблица 1 — Химические смеси

Химическое вещество/смесь	Номер CAS	Номер EINECS
Гидратированный силикат кальция (глина)	1344-96-3	—
Каолин (белая глина)	1332-58-7	—
Трудно растворимый силикат (глазурь), например, эмали и фритты	65997-18-4	266-047-6
Пигменты:		
- оксид меди 0,25 %	1317-38-0	215-269-1
- оксид железа 5 %	1309-37-1	215-168-2
- силикат железа-циркония 5 %	68412-79-3	270-210-7
- диоксид олова 10 %	18282-10-5	242-159-0

Окончание таблицы 1

Химическое вещество/смесь	Номер CAS	Номер EINECS
- силикат ванадия-циркония 5 %	68186-95-8	269-057-9
- смесь оксидов *z* алюминия *x* и кобальта *y*	1333-88-6	—
- ортосиликат циркония 15 %	10101-52-7	—
- силикат циркония-празеодима 5 %	68187-15-5	269-075-07

5.2 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 5 лет.

5.3 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае попадания в глаза обильно промыть глаза водой. Незамедлительно обратиться к врачу».

5.4 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не вдыхать порошок»;
- «Не класть вещество в рот»;
- «Не помещать на изделия, контактирующие с пищевыми продуктами и напитками»;
- «Хранить набор отдельно от пищевых продуктов и напитков»;
- «Проводить нагревание, не являющееся непосредственно частью игры, без участия детей и не вдыхать выделяющиеся газы».

6 Наборы, включающие формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи

6.1 Химические вещества

В состав формующихся масс должны входить пластифицированный ПВХ и пластификаторы, а также могут содержаться добавки, наполнители (например, каолин) и красители. Разрешаются к использованию только пластификаторы, указанные в таблице 2.

Максимальное содержание пластификаторов в препарате не должно превышать 30 %.

Содержание мономерного поливинилхлорида должно составлять менее 1 мг/кг (см. [11]).

Таблица 2 — Пластификаторы

Химическое вещество	Номер CAS
Полиэфиры адипиновой кислоты	—
Эфиры сульфоновой кислоты и алкил (C_{12}—C_{20}) фенола	—
Ди-изононил циклогексан-1,2-дикарбоксилата (DINCH)	166412-78-8
Эфиры фталевой кислоты и алифатических спиртов линейной цепи (C_6 и более) и смеси этих эфиров	—
Цитрат трибутилацетила	77-90-7
Ацетилцитрат три(этил-2-гексила)	144-15-0

Во время нагревания этих материалов при максимально допустимой температуре и продолжительности испытания по 11.4 не должны быть превышены пределы, указанные в таблице 3, для эмиссии перечисленных токсичных веществ.

Таблица 3 — Предельные значения эмиссии веществ при нагреве наборов, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи

Вещество	Предельное значение, мг/кг
Бензол	5
Толуол	15
Ксилен	25

6.2 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 8 лет.

6.3 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае перегрева и вдыхания ядовитых газов вынести пострадавшего на свежий воздух и немедленно обратиться к врачу».

6.4 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не класть вещество в рот»;
- «Не превышать температуру 130 °С, так как может произойти выделение опасных газов»;
- «Не превышать время обжига, составляющее 30 мин»;
- «Выполнять обжиг, не являющийся непосредственно частью игры, взрослыми, ответственными за надзор над детьми»;
- «Пользоваться термометром для бытовых печей (например, биметаллическим) для измерения температуры»;
- «Не пользоваться стеклянным термометром»;
- «Не нагревать материал в бытовой печи одновременно с пищевыми продуктами»;
- «Не использовать микроволновую печь».

7 Наборы для художественного литья

7.1 Гранулированный полистирол

7.1.1 Химические вещества

Наборы должны содержать неокрашенный или окрашенный гранулированный полистирол в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — Полистирол

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Полистирол, содержащий мономерный стирол ≤ 500 мг/кг	9003-53-6	—

7.1.2 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 10 лет.

7.1.3 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

«В случае перегрева и вдыхания ядовитых газов вынести пострадавшего на свежий воздух. Немедленно обратиться к врачу».

7.1.4 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не превышать температуру плавления, равную 180 °С»;
- «Проводить плавление, не являющееся непосредственно частью игры, взрослыми, ответственными за надзор за детьми»;
- «Пользоваться термометром для бытовых печей (например, биметаллическим) для измерения температуры»;
- «Не класть вещество в рот»;
- «Не нагревать материал в бытовой печи одновременно с пищевыми продуктами»;
- «Не пользоваться стеклянными термометрами»;
- «Не превышать рекомендуемое максимальное время реакции»;
- «Не использовать микроволновую печь».

7.2 Наборы для заливки

7.2.1 Общие требования

Вещества, классифицированные как опасные (см. [5]), не должны использоваться в *наборах для заливки*.

Примечание — Такие вещества, как желатин или агар-агар, могут использоваться вместе с соответствующим консервантом.

Необходимо использовать только те консерванты, которые разрешены к применению в пищевых продуктах (см. [9]) и/или в косметических средствах, за исключением консервантов, смываемых после использования (см. [10]).

7.2.2 Упаковка

На потребительской упаковке должны быть указаны применяемые консерванты.

7.2.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 5 лет.

7.2.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

«При проглатывании прополоскать обильно водой рот, выпить свежей воды. Не вызывать рвоты. Незамедлительно обратиться к врачу».

7.2.5 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не класть вещество в рот».

8 Клеи, краски, лаки, олифа, разбавители и очистители (растворители), включенные или рекомендуемые для включения в наборы для моделирования

8.1 Общие требования

Клеи, краски, лаки, *олифа*, *разбавители и очистители (растворители)*, включенные в *наборы для моделирования*, должны соответствовать требованиям настоящего раздела. В инструкции *набора для моделирования* должны быть указаны только *клеящие вещества*, краски, лаки, *олифа*, *разбавители и очистители (растворители)*, соответствующие требованиям настоящего раздела.

8.2 Клеи

8.2.1 Клеи на водной основе

8.2.1.1 Общие требования

Клеи на водной основе должны состоять из воды и основных веществ. Необходимо использовать только основные вещества, указанные в таблице 5. *Клеи* на водной основе дополнительно могут содержать специальные материалы, консерванты, наполнители и добавки, указанные в таблице 6 или 8.

Необходимо использовать только те консерванты, которые разрешены к применению в пищевых продуктах (см. [9]) и/или в косметических средствах, за исключением консервантов, смываемых после использования (см. [10]).

Основные материалы клеев на водной основе приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Основные материалы, входящие в состав клеев на водной основе, красок на водной основе и лаков

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые полимеры	—	—
Гидрофильный полиуретан, не содержащий свободные группы изоцианата и ароматические аминированные соединения	—	—
Полимерные и сополимерные соединения мономеров, разрешенные к использованию в составе материалов, контактирующих с пищевыми продуктами	—	—
Поливинилацетат	9003-20-7	—
Поливиниловый спирт	9002-89-5	209-183-3

Основные материалы должны быть разрешены для контакта с пищевыми продуктами (см. [11]). В качестве растворителя используется вода со степенью частоты 3 по EN ISO 3696. Время контакта должно составлять 60 мин при температуре 40 °С.

8.2.1.2 Жидкие клеи для бумаги и дерева

8.2.1.2.1 Общие требования

Специальные материалы, входящие в состав *клея* для бумаги и дерева, приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Материалы, входящие в состав клея для бумаги и дерева, красок и лаков на водной основе

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Эфир целлюлозы (например, карбоксиметилцеллюлоза, метилцеллюлоза)	9004-67-5	—
Декстрин	9004-53-9	232-675-4
Гуммиарабик	9000-01-5	232-519-5
Крахмал или модифицированный крахмал	9005-25-8	232-679-6

Специальные добавки для *клея*, предназначенного для склеивания бумаги и дерева, указаны в таблице 7.

Таблица 7 — Специальные добавки для жидких клеев, предназначенные для склеивания бумаги и дерева

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Гликолят бутила (бутил гидроксиацетат) < 3 %	7397-62-8	230-991-7
Капролактам < 5 %	105-60-2	203-313-2
Глицерин	56-81-5	200-289-5
Полиакриламид	9003-05-8	—
Полиакриловая кислота	9003-01-4	—
Полиэтиленгликоль	25322-68-3	—
Полиметакриловая кислота	25087-27-7	—
Полипропиленгликоль	25322-69-4	—
Натриевые соли жирных кислот (C_{14} и более)	—	—
Сорбит	50-70-4	200-061-5
Ацетат 2-(2-бутокси-этокси) этила < 3 %	124-17-4	204-685-9
Ксилит	87-99-0	201-788-0

Полимеры, указанные в таблице 7, должны быть разрешены для контакта с пищевыми продуктами (см. [11]). В качестве растворителя используется вода третьей степени чистоты по EN ISO 3696. Время контакта должно составлять 60 мин при температуре 40 °С.

8.2.1.2.2 Упаковка

Вместимость упаковки с *клея* на водной основе, включенного в наборы, не должна превышать 100 мл. При использовании консерванта на потребительской упаковке должны быть указаны соответствующие данные.

8.2.1.2.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 3 лет.

8.2.1.2.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае контакта с кожей промыть пораженный участок кожи большим количеством воды»;
- «В случае контакта с глазами промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Немедленно обратиться к врачу».

8.2.1.3 Клей-карандаш для бумаги

8.2.1.3.1 Общие требования

Специальные материалы для *клея*-карандаша для склеивания бумаги приведены в таблицах 6—8.

Таблица 8 — Специальный материал для клея-карандаша для склеивания бумаги

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Поливинилпиролидон	9003-39-8	—

Специальные материалы должны быть разрешены для контакта с пищевыми продуктами (см. [11]). В качестве растворителя используется вода третьей степени чистоты по EN ISO 3696. Время контакта должно составлять около 60 мин при температуре 40 °С.

8.2.1.3.2 Упаковка

Масса *клея*-карандаша не должна превышать 50 г.

8.2.1.3.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, непосредственно на клее-карандаше или на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 3 лет.

8.2.1.3.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае контакта с кожей промыть пораженный участок кожи большим количеством воды»;
- «В случае контакта с глазами промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Немедленно обратиться к врачу».

8.2.2 Клей на основе растворителя

8.2.2.1 Общие требования

В состав *клея* на основе растворителя входят материалы, указанные в таблицах 5, 6 и 8, а также материалы, указанные в 8.2.2. Кроме того, в них входят вещества, приведенные в таблицах 5—12, с указанными предельными значениями, также могут входить наполнители, добавки и пластификаторы. Пластификаторы должны быть разрешены для контакта с пищевыми продуктами (см. [11]) или соответствовать таблице 13.

Примечание 1 — Использование определенных фталатных пластификаторов в игрушках ограничено (см. Е.4).

Содержание пластификаторов в этих клеях не должно превышать 8 %. Содержание добавок не должно превышать 3 %.

Для *клея* на основе растворителя с нефтяной фракцией содержание *н*-гексана не должно превышать 0,5 %.

Клей, содержащий нефтяные фракции, не должен быть классифицирован как R48/20 и/или H372.

Примечание 2 — Классификация приведена в [6] и [5].

8.2.2.2 Универсальные клеи

Основные материалы, входящие в состав универсальных *клеев*, приведены в таблице 9.

Таблица 9 — Основные материалы для универсальных клеев

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые полимеры	9003-01-4	—
Нитроцеллюлоза	9004-70-0	—
Поливинилацетат	9003-20-7	—
Сополимеры винилацетата	—	—

8.2.2.3 Клеи

Основные материалы, входящие в состав *клеев*, должны соответствовать таблице 10.

Таблица 10 — Основные материалы клеев

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Полимеры и сополимеры, состоящие из мономеров, разрешенных к применению в составе материалов, контактирующих с пищевыми продуктами	—	—
Полихлорбутадиен	9010-98-4	—
Полиуретан	73561-64-5	—

8.2.2.4 Специальные клеи

Основные материалы, входящие в состав специальных *клеев*, приведены в таблице 11.

Таблица 11 — *Основные материалы* для специальных клеев

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые полимеры	—	—
Полимеры и сополимеры, состоящие из мономеров, разрешенных к применению в составе материалов, контактирующих с пищевыми продуктами	—	—
Полистирол	9003-53-6	—
Сополимеры поливинилхлорида	—	—

Основные материалы должны быть разрешены для контакта с пищевыми продуктами (см. [11]). В качестве растворителя используется вода третьей степени чистоты по EN ISO 3696. Время контакта должно составлять около 60 мин при температуре 40 °С.

Таблица 12 — Растворители в клеящих веществах на основе растворителя

Химическое вещество/смесь	Номер CAS	Номер EINECS
Ацетон (диметилкетон)	67-64-1	200-662-2
Циклогексан < 3 %	110-82-7	203-806-2
Пентан-3-оне (диэтилкетон)	96-22-0	202-490-3
Этилацетат	141-78-6	205-500-4
Этанол (этиловый спирт)	64-17-5	200-578-6
Пропан-2-ил ацетат (ацетат изопропила)	108-21-4	203-561-1
Пропан-2-ол (изопропиловый спирт)	67-63-0	200-661-7
Метилацетат	79-20-9	201-185-2
Бутан-2-оне (метилэтилкетон)	78-93-3	201-159-0
3-метилбутан-2-оне (метилизопропилкетон)	563-80-4	209-264-3
н-Бутилацетат	123-86-4	204-658-1
н-Пропилацетат	109-60-4	203-686-1
1-Метоксипропан-2-ол	107-98-2	203-539-1
1,1-Диметоксиэтан	534-15-6	208-589-8
Фракция нефти от 60 °С до 140 °С	64742-89-8	265-192-2
Фракция нефти от 135 °С до 210 °С	64742-88-7	265-191-7

Максимальное содержание 1-метоксипропанол-2 должно составлять 20 %.

Если продукт содержит нефтяную фракцию от 60 °С до 140 °С и/или нефтяную фракцию от 135 °С до 210 °С, вязкость продукта должна превышать 20,5 мм^2/с при испытании по EN ISO 3104 или EN ISO 3219.

Таблица 13 — Пластификаторы в клеях на основе растворителей и красок, лаков, разбавителей и очистителей на основе растворителей

Пластификатор	Номер CAS
Цитрат трибутилацетила	77-90-7
Ацетилцитрат три(этил-2-гексила)	144-15-0
Эфиры алкилсульфоновой кислоты (C_{12}—C_{20}) фенола	91082-17-6
Полиэфиры адипиновой кислоты	Различные
Ди-изононил циклогексан-1,2-дикарбоксилата (DINCH)	166412-78-8

В качестве добавок для *клеев* не должны использоваться 2,2-бис(4-гидроксифенил) пропан диглицидиловый эфир (BADGE), бис(гидроксифенил) метан диглицидиловый эфир (BFDGE) и глицидиловый эфир новолака (NOGE), а также их производные.

Примечание — BADGE — 2,2-бис(4-гидроксифенил) пропан диглицидиловый эфир, бисфенол-А диглицидилэфир [1675-54-3];
BFDGE — бис(гидроксифенил) метан диглицидиловый эфир, бисфенол-F диглицидилэфир [39817-09-9];
NOGE — глицидиловый эфир новолака [28064-14-4] и [9003-36-5].

8.2.2.5 Упаковка

Масса упакованного *клея* не должна превышать 15 г.

8.2.2.6 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 8 лет.

На потребительскую упаковку должна быть нанесена маркировка в соответствии с 9.3.

8.2.2.7 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае контакта с кожей промыть пораженный участок кожи большим количеством воды»;
- «В случае контакта с глазами промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Немедленно обратиться к врачу».
- «В случае вдыхания вынести пострадавшего на свежий воздух».

8.2.2.8 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Беречь от огня»;
- «Избегать попадания клея на кожу, в глаза и рот»;
- «Не класть вещество в рот»;
- «Не вдыхать дым».

8.3 Краски и лаки на водной основе

8.3.1 Общие требования

В состав *красок и лаков на водной основе* должны входить вода и основные материалы, указанные в таблице 5. Кроме того, *краски и лаки на водной основе* могут содержать специальные материалы, указанные в таблице 6, органические растворители и пленкообразующие вещества, указанные в таблице 14 или таблице 7, а также красители, консерванты, наполнители и добавки.

Содержание органических растворителей и пленкообразующих веществ не должно превышать 10 %.

Должны применяться только консерванты, которые разрешены к применению в пищевых продуктах (см. [9]) и/или в косметических средствах, за исключением консервантов, предназначенных для кратковременного использования (см. [10]).

Таблица 14 — Органические растворители и пленкообразующие вещества

Химическое вещество/препарат	Номер CAS	Номер EINECS
Диэфир (2-метилпропил) дикарбоновых кислот жирного ряда (C_{20}—C_{33}) (максимум 2 % в качестве пленкообразующих веществ)	—	—
Этанол (этиловый спирт)	64-17-5	200-578-6
Смесь спиртов (C_{12}—C_{14}) и эфиров жирных кислот (C_{12}—C_{14}) (максимум 2 % в качестве пленкообразующих веществ)	—	—

Окончание таблицы 14

Химическое вещество/препарат	Номер CAS	Номер EINECS
1-Метоксипропан-2	107-98-2	203-539-1
Пропандиол-1,2 (пропиленгликоль)	57-55-6	200-338-0
2-Метилпентан-2,4-диола (гексиленгликоль)	107-41-5	203-489-0
Пропанол-2 (изопропиловый спирт)	67-63-0	200-661-7

8.3.2 Упаковка

Вместимость контейнера с *красками и лаками на водной основе* не должна превышать 100 мл. При использовании консерванта(ов) на потребительской упаковке должна быть указана соответствующая информация.

8.3.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный материал».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 8 лет.

Индивидуальная упаковка маркируется в соответствии с 9.3.

8.3.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае контакта с кожей промыть пораженный участок кожи большим количеством воды»;
- «В случае контакта с глазами промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Немедленно обратиться к врачу»;
- «В случае вдыхания: вынести пострадавшего на свежий воздух».

8.3.5 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Избегать попадания материала в глаза»;
- «Не класть вещество в рот»;
- «Не вдыхать дым».

8.4 Краски и лаки, содержащие растворители, разбавители и очистители

8.4.1 Общие положения

В состав *красок и лаков, содержащих растворители,* должны входить основные материалы, указанные в таблице 15, и растворители, указанные в таблице 14 или таблице 16. Краски и лаки должны содержать не более 2 % 2-метилпропан-1 или *н*-бутанола и не более 20 % 1-метоксипропан-2. Краски и лаки на основе растворителя могут содержать красители, наполнители и модификаторы. Содержание добавок не должно превышать 3 %.

Содержание пластификаторов в красках и лаках на основе растворителей, приготовленных с помощью нитроцеллюлозы, не должно превышать 5 %.

Пластификаторы должны быть разрешены для контакта с пищевыми продуктами (см. [11]) или соответствовать таблице 13.

Примечание 1 — Допускается ограниченное использование определенных фталатных пластификаторов в игрушках (см. Е.4).

Разбавители и очистители должны содержать только вещества и смеси, указанные в таблицах 14 и 16, за исключением пленкообразующих веществ. В разбавителях и очистителях не должны использоваться 2-метилпропан-1, *н*-бутанола и 1-метоксипропан-2.

Для красок, лаков, разбавителей и очистителей на основе растворителя с содержанием нефтяных фракций содержание *н*-гексана не должно превышать 0,5 %, *н*-гексан может присутствовать в этих растворителях только как загрязняющее вещество нефтяных фракций.

Краски и лаки на основе растворителя, содержащие нефтяные фракции, не должны быть классифицированы как R48/20 и/или H372.

Примечание 2 — Классификации подробно изложены в [6] и [5].

Использование для красок, лаков, разбавителей и очистителей в сосудах под давлением (аэрозольных баллончиков) не допускается.

Таблица 15 — Основные материалы

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые полимеры	—	—
Алкидные полимеры	—	—
Нитроцеллюлоза	9004-70-0	—

Таблица 16 — Растворители

Химическое вещество/препарат	Номер CAS	Номер EINECS
Триацетат глицерина	102-76-1	203-051-9
2-метилпропан-1-ол (изобутанол)	78-83-1	201-148-0
Бутан-2-оне (метилэтилкетон)	78-93-3	201-159-0
1-Метоксипропан-2-ол	107-98-2	203-539-1
1-Метоксипропан-2-ил ацетат	108-65-6	203-603-9
Бутан-1-ол(*н*-бутанол)	71-36-3	200-751-6
3-Метоксибутил ацетат	4435-53-4	224-644-9
Фракция нефти от 60 °С до 140 °С	64742-89-8	—
Фракция нефти от 135 °С до 210 °С	64742-88-7	265-191-7

Если продукт содержит нефтяную фракцию от 60 °С до 140 °С и/или нефтяную фракцию от 135 °С до 210 °С, вязкость продукта должна превышать 20,5 $мм^2/с$ при испытании по EN ISO 3104 или EN ISO 3219.

8.4.2 Упаковка

Максимальная вместимость контейнера в наборе не должна превышать:

- 15 мл для жидкостей, температура вспышки которых < 23 °С, а точка кипения > 35 °С;
- 50 мл для жидкостей, температура вспышки которых ≥ 23 °С.

Примечание — Информация об упаковке и маркировке, в том числе об укупоривании, безопасном для детей, приведена в [5] и [2].

8.4.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, приведенной в разделе 9, на потребительской упаковке должны быть указаны следующие предупреждающие надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением следует изучить инструкции, выполнять их требования и хранить как справочный документ».

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен быть не менее 8 лет.

8.4.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 10.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «В случае контакта с кожей промыть пораженный участок кожи большим количеством воды»;
- «В случае контакта с глазами промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Немедленно обратиться к врачу»;

- «При проглатывании прополоскать рот водой, выпить свежей воды. Не вызывать рвоту. Немедленно обратиться к врачу»;
- «В случае вдыхания вынести пострадавшего на свежий воздух».

8.4.5 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 10.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Хранить вдали от источников воспламенения»;
- «Избегать попадания материала на кожу и в глаза»;
- «Не класть вещество в рот»;
- «Не вдыхать пары».

9 Маркировка

9.1 Общие положения

Маркировка должна быть видимой, легкочитаемой, нестираемой и выполняться на языке страны реализации продукции.

Если размеры упаковки не позволяют разместить необходимую информацию, то к упаковке следует прилагать дополнительно вкладыш (этикетку) с указаниями.

9.2 Маркировка потребительской упаковки

9.2.1 Общие положения

На потребительской упаковке должны быть указаны любые опасные вещества или опасные смеси [5], которые могут быть рекомендованы, но не включены в игрушку.

Примечание — Примерами опасных веществ или опасных смесей, которые рекомендуются, но не включены в игрушку, являются клеящие вещества, краски или лаки.

9.2.2 Идентификация изготовителя

На потребительской упаковке следует указать зарегистрированное торговое наименование или зарегистрированную торговую марку изготовителя, или импортера, его адрес.

Примечание — Если изготовитель (изготовитель указывает свое наименование и адрес на игрушке) находится за пределами государств — членов ЕС, а продукцию размещает на рынке ЕС импортер, на игрушке должны быть нанесены два адреса: изготовителя и импортера.

На химических игрушках (наборах) должны быть указаны тип, партия, серийный номер или номер модели, или другой элемент, позволяющий их идентификацию.

9.2.3 Предупредительные надписи

На потребительскую упаковку следует наносить соответствующие надписи, содержащие предупреждения и предостережения, указанные в 4—9.

В слове «Осторожно!» (см. разделы 4—8) на потребительской упаковке заглавная буква должна быть высотой не менее 7 мм.

9.3 Маркировка первичной упаковки

При необходимости на первичную упаковку наносится маркировка, содержащая следующую информацию:

a) наименование химического вещества или смеси так, как это указано в соответствующих пунктах и таблицах, если вещество/смесь классифицируется как опасное;

b) требуемые пиктограммы и требуемые предупредительные надписи, касающиеся опасности/безопасности (H- и P-фразы), в соответствующих случаях (см. [5]).

10 Инструкции по применению

10.1 Общие положения

Инструкция по применению составляется на государственном языке(ах) страны реализации.

Маркировка потребительской упаковки в соответствии с 9.2.3 должна повторяться и на обложке инструкции по применению.

10.2 Содержание инструкции по применению

Инструкция по применению должна содержать следующую информацию:

a) наименование поставляемого химического вещества (веществ) при необходимости;

b) предупредительные надписи, касающиеся опасности/безопасности, установленные [5], в зависимости от применяемого конкретного вещества и смеси при необходимости.

Примечание 1 — Информация о переходных положениях по классификации, маркировке и упаковке смесей установлена в [5] (статья 61).

Примечание 2 — Предупредительные надписи, касающиеся опасности/безопасности (H- и P-фразы), являются обязательными для всех опасных веществ и опасных смесей, поставляемых в этих наборах, даже если допускается законодательством ЕС отступление от маркировки (например, для малых количеств определенных опасных веществ);

c) в зависимости от конкретных обстоятельств, если вещества/смеси считаются опасными в соответствии с [5], должно быть предусмотрено свободное место для записи номера телефона местного центра по оказанию медицинской помощи при отравлениях (центрального информационного бюро скорой помощи) или больницы, куда следует обращаться при случайном отравлении опасными веществами;

d) следующую общую информацию по оказанию первой медицинской помощи:

1) «В сомнительных случаях следует немедленно обращаться к врачу. Взять с собой химическое вещество и/или изделие, а также его упаковку»;

2) «В случае травмы следует обратиться к врачу».

Примечание — Информация по оказанию первой медицинской помощи может быть также включена в инструкцию, описывающую порядок проведения работ;

e) специальную информацию по оказанию первой медицинской помощи, указанную в 4—8, если это необходимо.

10.3 Рекомендации по осуществлению контроля со стороны взрослых

Рекомендации, предназначенные для взрослых, должны содержать следующую информацию:

a) настоящая игрушка с использованием химических веществ предназначена для детей старше (*) лет. Пользоваться только под непосредственным наблюдением взрослых. Хранить игрушку с использованием химических веществ в месте, недоступном для детей до (*) лет;

b) необходимо ознакомиться с инструкцией по применению, требованиями безопасности и информацией об оказании первой медицинской помощи, выполнять их требования и сохранять данные документы как справочный материал;

c) необходимо поступать в полном соответствии с инструкцией по применению, так как неправильное применение химических веществ может привести к травмам и причинить вред здоровью;

d) поскольку дети обладают неодинаковыми способностями даже в пределах одной и той же возрастной группы, взрослым, присматривающим за детьми, надлежит определить, какие из опытов дети могут выполнить, не создавая опасную ситуацию. Инструкции должны позволять взрослым, присматривающим за детьми, оценить каждый опыт с точки зрения его соответствия возможностям каждого ребенка;

e) прежде чем приступить к работе взрослому, присматривающему за ребенком (или за детьми), необходимо обсудить с ним (или с ними) предупреждения, указания, которые касаются безопасности, и возможные опасности. Следует уделять особое внимание правилам техники безопасности при обращении со щелочами, кислотами и воспламеняющимися жидкостями;

f) помещение для проведения опытов должно быть просторным и не должно находиться рядом с помещением для хранения пищевых продуктов. Оно должно быть хорошо освещено и проветриваться, находиться рядом с водопроводом. Следует использовать прочный стол с теплостойкой поверхностью;

g) после окончания занятий необходимо немедленно произвести уборку помещения.

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченный представитель или импортер. Возраст должен быть не ниже пределов, указанных в разделах 4—8.

10.4 Требования безопасности

Необходимо выполнять следующие требования безопасности:

- удалить из игровой зоны детей, не достигших установленного инструкцией по применению возраста, а также животных;

- хранить игровые химические наборы в местах, недоступных детям младшего возраста;
- мыть руки по окончании занятий;
- протирать все детали оборудования после его использования;
- использовать только то оборудование, которое поставляется в комплекте с набором или рекомендовано в инструкции по применению;
- не есть, не пить и не курить в том помещении, где проводится опыт.

Дополнительно при необходимости указываются отдельные требования безопасности, приведенные в разделах 4—8.

10.5 Инструкции по выполнению различных видов работ

Следует предоставлять подробную информацию относительно методики выполнения каждого вида работ.

В соответствующих случаях виды работ оцениваются непосредственно изготовителем.

Следует сообщать подробную информацию относительно любой известной опасности, связанной с использованием игрушки.

10.6 Переполнение сосудов и удаление химических веществ

В соответствующих случаях следует предоставлять информацию о мерах, предпринимаемых при переполнении сосудов, а также для утилизации использованных химических веществ.

Инструкции по утилизации химических веществ должны составляться с учетом действующего законодательства применительно к утилизации данного вида химических веществ.

11 Методы испытания

11.1 Общие положения

При проведении анализа должны быть использованы реактивы с известной аналитической степенью чистоты (pro analysis) или максимальной технической чистоты. Используют воду третьей степени чистоты по EN ISO 3696 или сопоставимого качества и заведомо свободной от анализируемых веществ.

Точность мерной стеклянной посуды должна быть класса А.

Испытания *химических игрушек* и материалов *химической игрушки* для химических соединений должны проводиться в соответствии с методами испытаний, описанными в настоящем стандарте. Утвержденные альтернативные методы испытаний или изменения в отношении данных методов допустимы только в случае, если они позволяют достичь точности и воспроизводимости методов, приведенных в настоящем стандарте, имеют соответствующую чувствительность и были проверены для того, чтобы определить, что результаты эквивалентны стандартным методам.

11.2 Определение элементов в керамических материалах и эмали для стеклования

11.2.1 Сущность метода

Образец керамики или эмали подвергается расщеплению расплавлением с применением дилития тетрабората. После диссоциации расплавленный продукт экстрагируется посредством разведенной соляной кислоты. Отдельные металлы определяются методом атомной эмиссионной спектрофотометрии.

11.2.2 Стандартные вещества и реагенты

11.2.2.1 Стандартные вещества

Примечание — Данные стандартные вещества доступны в продаже.

Таблица 17 — Стандартные вещества

Химический элемент	Концентрация, мг/дм^3
Медь	1000
Железо	1000
Празеодимий	1000
Кобальт	1000

Окончание таблицы 17

Химический элемент	Концентрация, мг/дм^3
Цирконий	1000
Ванадий	1000
Олово	1000

11.2.2.2 Реагенты

Таблица 18 — Реагенты

Химический элемент	Концентрация
Дилития тетраборат	
Соляная кислота	ρ(HCl) = 1,12 г/см^3

11.2.3 Оборудование

Примечание — Поскольку на продаже отсутствует стандартизированное оборудование, рекомендуется указывать только общие подробные инструкции для пользователя.

11.2.3.1 **Платиновый тигель**

11.2.3.2 **Муфельная печь** или соответствующее оборудование, имеющие диапазон температур до (1000 ± 50) °С.

11.2.3.3 **Аналитические весы** с точностью 0,1 мг.

11.2.3.4 **Стеклянная посуда** (химический стакан, воронка, мерная колба и пипетки).

Перед использованием стеклянная посуда подлежит очистке с использованием 10%-ной соляной кислоты (по объему).

11.2.3.5 **Атомный эмиссионный спектрометр**

11.2.4 Подготовка стандартных растворов

11.2.4.1 Стандартный многоэлементный раствор I

c(Cu, Fe, Pr, Co, Zr, V, Sn) = 10 мг/дм^3.

Пипеткой (1,0 ± 0,01) см^3 помещают от каждого из стандартного образца 1000 мг/дм^3 (11.2.2.1) в мерную колбу объемом 100 см^3. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (11.2.2.2), перемешивают и заполняют водой до отметки.

Стандартный многоэлементный раствор I может храниться в течение месяца в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С.

11.2.4.2 Стандартный многоэлементный раствор II

c(Cu, Fe, Pr, Co, Zr, V, Sn) = 5,0 мг/дм^3.

Пипеткой (50 ± 0,05) см^3 помещают стандартный многоэлементный раствор I в мерную колбу объемом 100 см^3. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (11.2.2.2), перемешивают и заполняют водой до отметки.

Данный раствор должен быть свежеприготовленным.

11.2.4.3 Стандартный многоэлементный раствор III

c(Cu, Fe, Pr, Co, Zr, V, Sn) = 1,0 мг/дм^3.

Пипеткой (50 ± 0,05) см^3 помещают стандартный многоэлементный раствор I в мерную колбу объемом 100 см^3. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (11.2.2.2), перемешивают и заполняют водой до отметки.

Данный раствор должен быть свежеприготовленным.

11.2.5 Чистый раствор

Добавляют 10 см^3 соляной кислоты в 90 см^3 воды в полиэтиленовую или политетрафторэтиленовую (PTFE) колбу.

11.2.6 Отбор проб

Берут три образца для анализа из материала каждого цвета и обрабатывают раздельно.

Примечание — Гомогенизация образцов для анализа не требуется, так как материалы были расплавлены и очень тонко измельчены.

11.2.7 Подготовка пробы

Отвешивают (0,1 ± 0,05) г с точностью до 0,001 г каждой пробы для анализа в платиновый тигель. Добавляют 1 г дилития тетрабората в тигель и тщательно перемешивают. Нагревают тигель в муфельной печи до (1000 ± 50) °С в течение (120 ± 5) мин.

После остывания примерно до 500 °С достают тигель из муфельной печи и помещают его в стакан с водой. Добавляют 20 $см^3$ соляной кислоты. Нагревают раствор до температуры кипения и оставляют его кипеть до полного растворения пробы. Помещают раствор в мерную колбу объемом 250 $см^3$ до метки. В случае осаждения двуокиси силикона удаляют его при помощи фильтрации.

11.2.8 Процедура

Определяют концентрацию элементов, используя значения длины волны в соответствии с таблицей 19. В случае спектральной интерференции выбирают соответствующую альтернативную длину волны.

Таблица 19 — Длина волны

Химический элемент	Длина волны, нм
Медь (Cu)	324,752
Железо (Fe)	259,942
Празеодимий (Pr)	422,285
Кобальт (Co)	228,616
Цирконий (Zr)	339,198
Ванадий (V)	292,399
Олово (Sn)	189,932

После верификации функции калибровки выполняются измерения образцов.

Выполняют определение чистых растворов перед проведением анализа.

Выполняют часто повторную калибровку аналитических инструментов. Во избежание эффекта запоминания необходимо выполнить также проверки с чистым раствором.

11.2.9 Оценка результатов

11.2.9.1 Общие положения

Для анализа берется среднее значение трех образцов.

Содержание металлов рассчитывается по формуле (1):

$$M_m = \frac{(C_{образец} - C_{чистая}) \times V \times f}{W \times 10\,000}, \quad (1)$$

где M_m — содержание металла в образце, %;

$C_{образец}$ — концентрация металла в аналитическом растворе, мг/$дм^3$;

$C_{чистая}$ — концентрация металла в растворе чистой пробы, мг/$дм^3$;

V — объем раствора образца, $дм^3$;

f — коэффициент разбавления;

W — масса образца, г.

Рассчитанное содержание элементов сравнивают с максимально допустимыми концентрациями элементов в соединениях, приведенных в таблице С.1. Если эти концентрации не превышены, то выполняются требования настоящего стандарта.

Если концентрация металла, рассчитанная по уравнению 1, превышена, то концентрация соответствующего разрешенного соединения рассчитывается по 11.2.9.2.

Содержание оксида металла рассчитывается по формуле (2):

$$M_{mo} = \frac{(C_{образец} - C_{чистая}) \times V \times f \times f_m}{W - 10\,000}, \quad (2)$$

где M_{mo} — содержание металла в образце, %;

$C_{образец}$ — концентрация металла в аналитическом растворе, мг/$дм^3$;

$C_{чистая}$ — концентрация металла в растворе чистой пробы, мг/$дм^3$;

V — объем раствора образца, $см^3$;
f — коэффициент разбавления;
W — масса образца, г.
f_m — коэффициент реакции металла в оксид металла.

Коэффициент реакции f для отдельных металлов приведен в таблице 20.

Таблица 20 — Коэффициенты перевода

Соединение	Элемент	Коэффициент реакции
Оксид меди (CuO)	Cu	1,2518
Дижелеза триоксид (Fe_2O_3)	Fe	1,4297
Дипразеодимия триоксид (Pr_2O_3)	Pr	1,1703
Оксид кобальта (CoO)	Co	1,2715
Двуокись циркония (ZrO_2)	Zr	1,3508
Диванадия пентоксид (V_2O_5)	V	1,7852
Двуокись олова (SnO_2)	Sn	1,2696

11.2.9.2 Расчет содержания красителей в образцах эмалей

11.2.9.2.1 Расчет концентрации оксида меди (CuO) и двуокиси олова (SnO_2)

Концентрация оксида меди и двуокиси олова рассчитывается по формуле (2).

11.2.9.2.2 Расчет концентрации алюмокобальтового оксида ($CoO.Al_2O_3$)

Концентрация алюмокобальтового оксида вычисляется умножением количества CoO, рассчитанного по формуле (2), на коэффициент 2,3607.

$$CoO \times 2{,}3607 = CoO.Al_2O_3. \quad (3)$$

11.2.9.2.3 Расчет концентрации силиката празеодимия циркония ($Pr_2O_3 + ZrSiO_4$)

Концентрация силиката празеодимия циркония вычисляется умножением количества Pr_2O_3, рассчитанного по формуле (2), на коэффициент 1,5558.

$$Pr_2O_3 \times 1{,}5558 = Pr_2O_3 + ZrSiO_4. \quad (4)$$

11.2.9.2.4 Расчет концентрации силиката ванадия циркония ($V_2O_4 + ZrSiO_4$)

Количество силиката ванадия циркония вычисляется умножением количества V_2O_5, рассчитанного по формуле (2), на коэффициент 1,9198.

$$V_2O_5 \times 1{,}9198 = V_2O_4 + ZrSiO_4. \quad (5)$$

11.2.9.2.5 Расчет концентрации оксида железа (Fe_2O_3), оксида железа циркония ($Fe_2O_3 + ZrSiO_4$) и ортосиликата циркония ($ZrSiO_4$)

Рассчитывают концентрацию $Fe_2O_{3\ общее}$, $V_2O_{5\ общее}$, $Pr_2O_{3\ общее}$ и $ZrO_{2\ общее}$ по формуле (2).

Если присутствует Pr_2O_3, то концентрация $Pr_2O_3 + ZrSiO_4$ рассчитывается по формуле (4).

Количество ZrO_2 вычисляется умножением концентрации $Pr_2O_3 + ZrSiO_4$ на коэффициент 0,2401:

$$(Pr_2O_3 + ZrSiO_4) \times 0{,}2401 = ZrO_2. \quad (6)$$

Если вычисляется V_2O_5, то концентрация $V_2O_4 + ZrSiO_4$ рассчитывается по формуле (5).

Количество ZrO_2 вычисляется умножением концентрации $V_2O_4 + ZrSiO_4$ на коэффициент 0,3529:

$$(V_2O_4 + ZrSiO_4) \times 0{,}3529 = ZrO_2. \quad (7)$$

Количество ZrO_2 и ZrO_2 складывается и вычитается из $ZrO_{2\ общее}$:

$$ZrO_{2\ общее} - (ZrO_2 + ZrO_2) = ZrO_2. \quad (8)$$

Концентрация оксида железа циркония ($Fe_2O_3 + ZrSiO_4$) рассчитывается по количеству Fe_2O_3, рассчитанному по формуле (2).

Количество Fe_2O_3 умножается на коэффициент 2,1478:

$$Fe_2O_3 \times 2{,}1478 = Fe_2O_3 + ZrSiO_4. \quad (9)$$

Количество ZrO_2 вычисляется умножением концентрации $Fe_2O_3 + ZrSiO_4$ на коэффициент 0,3593:

$$(Fe_2O_3 + ZrSiO_4) \times 0{,}3593 = ZrO_2. \quad (10)$$

Если $ZrO_2 > ZrO_2$, для расчета ZrO_2 используется разница $ZrO_2 - ZrO_2$:

$$ZrO_2 - ZrO_2 = ZrO_2. \quad (11)$$

Количество $ZrSiO_{4\ чистый}$ вычисляется умножением концентрации ZrO_2 на коэффициент 1,4876:

$$ZrO_2 \times 1{,}4876 = ZrSiO_{4\ чистый}. \quad (12)$$

Если $ZrO_2 < ZrO_2$, концентрация $Fe_2O_3 + ZrSiO_4$ вычисляется умножением концентрации ZrO_2 на коэффициент 2,7836:

$$ZrO_2 \times 2{,}7836 = Fe_2O_3 + ZrSiO_4. \quad (13)$$

Количество Fe_2O_3 вычисляется умножением концентрации $Fe_2O_3 + ZrSiO_4$ на коэффициент 0,4656:

$$Fe_2O_3 + ZrSiO_4 \times 0{,}4656 = Fe_2O_3. \quad (14)$$

Концентрация чистого оксида железа $Fe_2O_{3\ чистый}$ является разницей между $Fe_2O_{3\ общее}$ и Fe_2O_3:

$$Fe_2O_{3\ общее} - Fe_2O_3 = Fe_2O_{3\ чистый}. \quad (15)$$

11.2.10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) тип и обозначение тестируемого продукта и/или материала;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний, выраженные как содержание красителя *x* масс. % с округлением до 0,01 масс. %, но не более трех значимых знаков;

d) любое отклонение от установленного метода;

e) дату испытания.

11.3 Определение пластификаторов в наборах, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи

11.3.1 Сущность метода

Содержание пластификаторов определяется путем экстрагирования количества пластификатора из ПВХ заданной массы с использованием экстрактора Сокслета. Для экстрагирования эфиров фталевой кислоты, эфиров лимонной кислоты и эфиров алкилсульфоновой кислоты используется гексан. Для экстрагирования полиэфиров адипиновой кислоты используется метанол. Примерное содержание пластификаторов можно определить выпариванием растворителя и взвешиванием остатка растворителя с определением пластификатора комбинированным методом Фурье-ИК-спектроскопии и спектроскопии НПВО (ATR-FT-IR).

Определение содержания пластификатора(ов) осуществляется методом газовой хроматографии: масс-спектрометрии (GC-MS) для эфиров фталевой кислоты, фенил эфиров алкилсульфоновой кислоты и эфиров лимонной кислоты. Количественная оценка эфиров адипиновой кислоты осуществляется гравиметрическим методом.

Данный метод используется частично и для определения пластификаторов в клеях на основе растворителей и красках и лаках на основе растворителей (см. 11.7.4).

11.3.2 Стандартные образцы и реагенты

11.3.2.1 Стандартные образцы

Примечание — Указанные вещества (за исключением цитратов) являются примерами к таблице 13.

Таблица 21 — Эфиры фталевой кислоты

Химический элемент	Номер CAS
бис(2-этилгексил) фталат (DEHP)	117-81-7
ди-изононил фталат (DINP)	28553-12-0

Окончание таблицы 21

Химический элемент	Номер CAS
ди-изодецил фталат (DIDP)	26761-40-0
Бензилбутил фталат (BBP)	85-68-7
ди-*н*-бутил фталат (DBP)	84-74-2
ди-*н*-гексил фталат (DNHP)	84-75-3
ди-*н*-гептил фталат (DNHpP)	3648-21-3
ди-*н*-октил фталат (DNOP)	117-84-0
ди-*н*-нонил фталат (DNP)	84-76-4
ди-*н*-децил фталат (DDP)	84-77-5
Примечание 1 — Химические элементы DEHP, DINP, DIDP, BBP, DNOP и DBP могут быть использованы для аналитических целей в формующих массах. Использование их с ПВХ в формующих массах не допускается. Тем не менее они являются примерами пластификаторов в соответствии с требованиям 8.2.2 и 8.4. Примечание 2 — Техническая степень частоты веществ DINP и DIDP обычно представляет собой смесь изомеров и гомологов.	

Таблица 22 — Полиэфиры адипиновой кислоты

Химический элемент	Коммерческое название	Номер CAS
Гександиовая кислота, полимер с пропан-1,2-диолом, ацетатом	Palamoll [a] 632 и 636	55799-38-7
Гександиовая кислота, полимер с бутан-1,3-диолом и бутан-1,4-диолом, ацетатом	Palamoll [a] 646	150923-12-9
Гександиовая кислота, полимер с 2,2-диметил-пропан-1,3-диолом и пропан-1,2-диолом, изонониловым эфиром	Palamoll [a] 652	208945-13-5
Гександиовая кислота, полимер с бутан-1,4-диолом и 2,2-диметил-пропан-1,3-диолом, изонониловым эфиром	Palamoll [a] 654 и 656	208945-12-4
Гександиовая кислота, полимер с 2,2-диметил-пропан-1,3-диолом и 3-гидрокси-2,2-диметилпропановой кислотой, изонониловым эфиром	Palamoll [a] 858	208945-11-3
Название согласно перечню химических веществ отсутствует	Paraplex [b] G-40	39363-92-3
[a] Полимерный пластификатор, производное адипиновой кислоты и многоатомных спиртов. [b] Полиэфирный адипат.		
Примечание — Коммерческие названия полиэфиров адипиновой кислоты являются примерами пластификаторов данного типа.		

Таблица 23 — Эфиры лимонной кислоты

Химический элемент	Номер CAS
Трибутил ацетилцитрат	77-90-7
Три(2-этилгексил) ацетилцитрат	144-15-0

Таблица 24 — Эфиры алкилсульфоновых кислот

Химический элемент	Номер CAS
Алкилсульфоновый фениловый эфир	91082-17-6

11.3.2.2 Реагенты

Таблица 25 — Растворители

Химический элемент	Номер CAS
Гексан (чистый для анализа)	110-54-3
Метанол (чистый для анализа)	67-56-1

11.3.3 Оборудование

11.3.3.1 Аналитические весы с точностью 0,1 мг.

11.3.3.2 Колбонагреватель/водяная баня.

11.3.3.3 Печь, способная поддерживать температуру (105 ± 5) °С.

11.3.3.4 Сушильный шкаф.

11.3.3.5 Колба с плоским дном и со стеклянной пробкой вместимостью 150 или 250 $см^3$.

11.3.3.6 Стеклянный экстрактор Сокслета с сифоном.

11.3.3.7 Целлюлозная гильза для экстрактора Сокслета.

11.3.3.8 Сосуд для охлаждения.

11.3.3.9 Медицинская вата.

11.3.3.10 Стеклянная мерная колба.

11.3.3.11 Стеклянная мерная посуда общего назначения.

11.3.3.12 Скальпель из нержавеющей стали.

11.3.3.13 ИК-Фурье спектрометр нарушенного полного внутреннего отражения НПВО (ATR-FT-IR).

11.3.3.14 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором GC-MS

Колонка — 50%-ный фенил–50%-ный диметилполисилоксан (ZB-50), 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мм (толщина пленки).

Газ-носитель — гелий.

Скорость потока — 0,8 $см^3$/мин.

Температура инжектора — 290 °С.

Объем впрыска — 2 $см^3$.

Тип впрыска — без деления потока.

Температура переходной линии — 280 °С.

Диапазон сканирования детектора — от 50 до 550 m/z (m/z — отношение массы иона к его заряду).

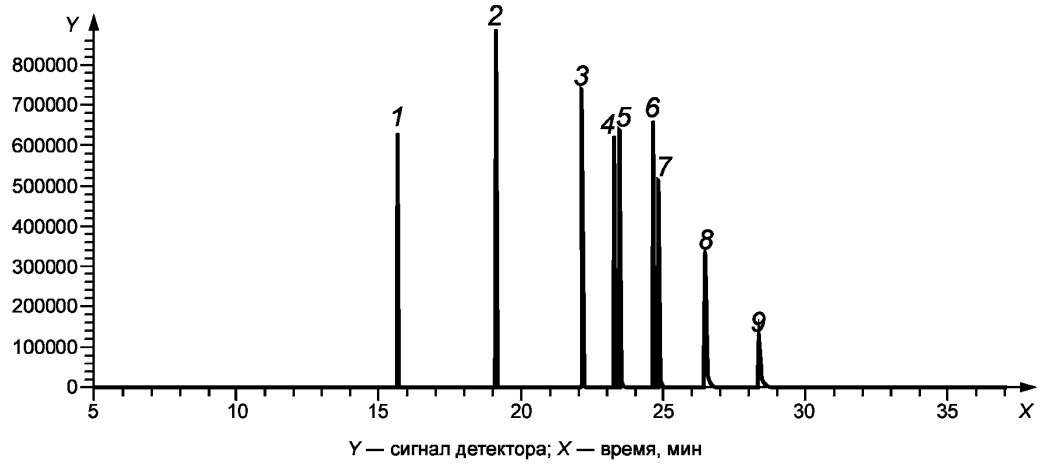
Время анализа — 37 мин.

Программа печи:

Уклон	Начальная температура, °С	Время выдержки, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время выдержки, мин
1	60	1	10	290	
2	290	5	5	320	5

Ионы для количественного анализа:	Главная мишень, m/z
эфиры фталевой кислоты	149
эфиры лимонной кислоты	157
эфиры алкилсульфоновой кислоты	94

Типовые хроматограммы для эфиров фталевой кислоты приведены на рисунках 1 и 2.

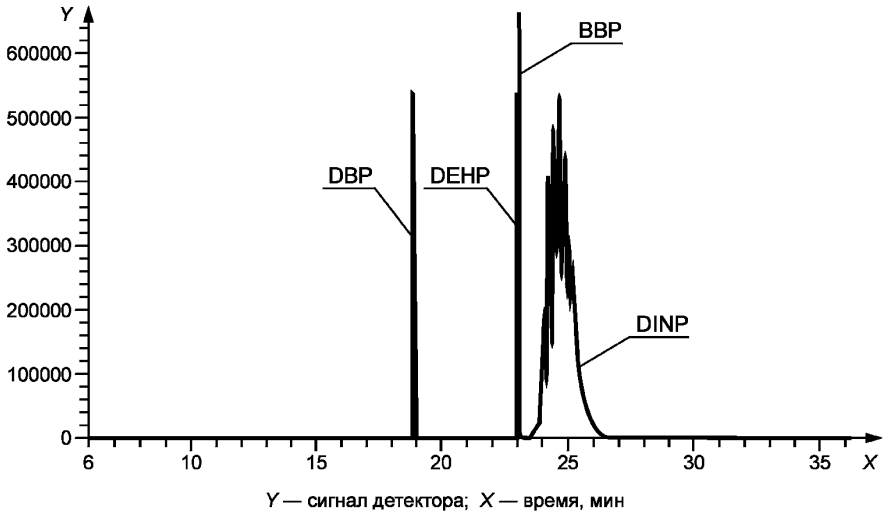


Y — сигнал детектора; *X* — время, мин

Рисунок 1 — Полная ионная хроматография смеси фталатов

Смесь 1 (10 мг/см^3):
1 — диэтилфталат;
2 — ди-*н*-бутилфталат;
3 — ди-*н*-гексил фталат;
4 — бензилбутилфталат и бис(2-этилгексил) фталат;
5 — ди-*н*-гептилфталат;
6 — ди-циклогексилфталат;
7 — ди-*н*-октилфталат;
8 — ди-*н*-нонилфталат;
9 — ди-*н*-децилфталат

Примечание — 1, 2, 4 и 6 являются недопустимыми веществами.



Y — сигнал детектора; *X* — время, мин

Рисунок 2 — Полная ионная хроматография смеси фталатов

Смесь 2 (10 мг/см^3):
DBP — ди-*н*-бутилфталат;
DEHP — бис(2-этилгексил) фталат;
BBP — бензилбутилфталат;
DINP — ди-изононил фталат

11.3.4 Подготовка стандартных растворов

11.3.4.1 Маточные растворы

Готовят маточные растворы эфиров фталевой, лимонной и алкилсульфоновой кислот, растворенных в гексане.

Таблица 26 — Маточные растворы I

Маточный раствор	Растворитель	Эфир	Концентрация, мг/см^3
Эфир фталевой кислоты 1a	Гексан	ди-изононил фталат (DINP)	5000
Эфир фталевой кислоты 1b	Гексан	ди-изодецил фталат (DIDP)	5000
Эфир фталевой кислоты 1c	Гексан	бис(2-этилгексил) фталат (DEHP) бензилбутилфталат (BBP) ди-*н*-бутилфталат (DBP) ди-*н*-гексил фталат (DNHP) ди-*н*-гептил фталат (DNHpP) ди-*н*-октил фталат (DNOP) ди-*н*-нонил фталат (DNP) ди-*н*-децил фталат (DDP)	500 500 500 500 500 500 500 500
Эфир лимонной кислоты 3a	Гексан	трибутил ацетилцитрат	500
Эфир лимонной кислоты 3b	Гексан	три(2-этилгексил) ацетилцитрат	1000
Эфир алкилсульфоновой кислоты	Гексан	Фениловый эфир алкулсульфоновой кислоты	5000

Готовят маточные растворы полиэфиров адипиновой кислоты, растворенных в метаноле.

Таблица 27 — Маточные растворы II

Маточный раствор	Растворитель	Эфир	Концентрация, мг/см^3
Полиэфир адипиновой кислоты 2a	Метанол	Palamoll 632 или 636	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2b	Метанол	Palamoll 646	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2c	Метанол	Palamoll 652	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2d	Метанол	Palamoll 654 или 656	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2e	Метанол	Palamoll 858	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2f	Метанол	Paraplex G-40	5000

Примечание — Маточные растворы для полиэфиров адипиновой кислоты используются в основном для целей идентификации.

11.3.4.2 Калибровочные растворы

Готовят калибровочные растворы Std 1—Std 5, содержащие смесь элементов из маточных растворов, соответствующим разведением растворителем при помощи пипеток стеклянных мерных колбах вместимостью 100 см^3 с добавлением до отметки гексана. В таблице 28 приведена концентрация каждого вещества при анализе в калибровочном растворе.

Таблица 28 — Калибровочные растворы

Маточный раствор	Концентрация, мг/см^3				
	Std 1	Std 2	Std 3	Std 4	Std 5
Маточный раствор 1a	50	125	250	375	500
Маточный раствор 1b	50	125	250	375	500
Маточный раствор 1c	10	15	20	25	30
Маточный раствор 3a	10	15	20	25	30
Маточный раствор 3b	50	100	150	200	250
Маточный раствор 4	10	15	20	25	30

11.3.4.3 Стабильность стандартных растворов

Испытания стабильности показали, что маточные и калибровочные растворы пластификаторов могут храниться в течение 6 мес. в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С.

11.3.5 Отбор проб

При реализации через торговую сеть формующиеся массы обычно находятся в потребительской упаковке в форме прямоугольных блоков. Представительные пробы формующихся масс для анализа следует отбирать без дополнительной обработки.

11.3.6 Подготовка образца

Для каждого образца нагревают предварительно две колбы с плоским дном (11.3.3.5), отмеченных как А и В, в печи (11.3.3.3) при температуре (105 ± 5) °С в течение (30 ± 5) мин.

Достают колбы из печи и оставляют остывать в сушильном шкафу в течение (30 ± 5) мин.

После охлаждения колбы точно взвешивают и регистрируют массу.

С помощью скальпеля или иного соответствующего режущего инструмента отрезают небольшую навеску (< 5 мм) из центра и с боков образца.

Взвешивают навеску (1 ± 0,2) г с точностью до 0,1 мг и помещают в наконечник для экстрактора Сокслета, укупоривают сверху медицинской ватой массой около 0,2 г для предупреждения утечки из наконечника любого неорганического наполнителя.

11.3.7 Процедура

Примечание — Рекомендуется соблюдать все меры предосторожности при обращении с химикатами и оборудованием. Рекомендуется соблюдать нормы использования соответствующих систем воздушной вытяжки.

11.3.7.1 Экстрагирование эфиров фталевой кислоты, эфиров лимонной кислоты и эфиров алкилсульфоновой кислоты

Добавляют около (50 ± 1) $см^3$ гексана в колбу А.

Примечание 1 — В зависимости от размера стеклянной посуды и для достижения уровня переполнения и получения должного орошения рекомендуется отрегулировать объем гексана.

Помещают наконечник для экстрактора Сокслета в экстрактор Сокслета и соединяют колбу А, экстрактор Сокслета и сосуд для охлаждения, затем все помещают в колбонагреватель.

Нагрев выполняют плавно в течение 6 ч ± 0,5 мин.

По истечении 6 ч выключают колбонагреватель и оставляют на время, достаточное для того, чтобы гексан остыл.

Сливают весь избыточный гексан, оставшийся в экстракторе Сокслета, в колбу А.

Примечание 2 — Для защиты окружающей среды рекомендуется собирать испаряемый растворитель.

11.3.7.2 Экстрагирование полиэфиров адипиновой кислоты

Повторяют 11.3.7.1, используя предварительно взвешенную колбу В и около (50 ± 1) $см^3$ метанола.

Примечание — В зависимости от размера стеклянной посуды и для достижения уровня переполнения и получения необходимого нагрева рекомендуется отрегулировать объем метанола.

11.3.7.3 Выпаривание растворителя и взвешивание

Помещают колбы А и В на водяную баню до полного испарения гексана и метанола.

После испарения гексана и метанола помещают колбы А и В в печь (11.3.3.3) при температуре (105 ± 5) °С.

Колбы А и В достают через (30 ± 5) мин из печи и помещают в сушильный шкаф.

После (30 ± 5) мин охлаждения взвешивают точно колбы А и В и регистрируют массу.

Колбу помещают снова в печь, высушивают до постоянной массы, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями для каждой колбы не будет менее 0,0005 г.

Регистрируют массу и определяют экстрагируемое содержание растворителя для гексана и метанола.

11.3.7.4 Холостой опыт

Определяют содержание осадка в чистой пробе растворителя путем выпаривания 50 $см^3$ гексана и 50 $см^3$ метанола соответственно в двух предварительно взвешенных колбах С и D, выполнив этапы 11.3.6 (пропуская этапы взятия образца и экстрагирования) и 11.3.7.1. Если рассчитанное значение осадка в холостую пробу для растворителя ≥ 0,001 г, то анализ повторяют с использованием другой партии растворителя, пока значение для холостой пробы не будет < 0,001 г.

11.3.7.5 Определение методом GC-MSD (газовым хроматографом с масс-селективным детектором) эфиров фталевой кислоты, эфиров лимонной кислоты и эфиров алкилсульфоновой кислоты

После взвешивания по 11.3.7.3 в колбу А добавляют (50 ± 2) см^3 гексана.

Закупоривают колбу А пробкой и размешивают гексан круговыми движениями до полного растворения экстракта пластификатора.

Сливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3, выполнив несколько раз ополаскивание колбы гексаном, добавляют его в колбу вместимостью 250 см^3 до отметки.

Приготавливают (при необходимости) разведенные растворы, используя гексан, таким образом, чтобы конечная концентрация в растворе была в пределах линейной калибровочной концентрации для данного пластификатора.

Помещают часть гексана в пробирку с пробкой для анализа методом GC-MS (с условиями по 11.3.3.14).

Сравнивают полученные спектры GC-MS с известными спектрами или стандартными эфирами для выполнения количественной идентификации пластификаторов или любых иных соединений.

Строят калибровочный график сигнала детектора по стандартным концентрациям.

По калибровочному графику определяют сигнал детектора эфира, обнаруженного в холостой пробе/образце, и интерполируют концентрацию эфира в миллиграммах на миллилитр с коррекцией на разведение.

11.3.7.6 Идентификация полиэфиров адипиновой кислоты методом ATR-FT-IR

После выполнения взвешивания по 11.3.7.3 добавляют в колбу В (50 ± 2) см^3 метанола.

Укупоривают колбу В и размешивают метанол круговыми движениями до полного растворения экстракта пластификатора.

Сливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3, выполнив несколько раз ополаскивание колбы метанолом, добавляют его в колбу вместимостью 250 см^3 до отметки.

Сравнивают полученные инфракрасные спектры с соответствующей спектральной базой данных.

11.3.8 Оценка результатов

11.3.8.1 Расчет экстрагируемого содержания растворителя, включая пластификаторы

11.3.8.1.1 Содержание материала, экстрагируемого гексаном, %, определенного как эфиры фталевой, лимонной и алкилсульфоновой кислоты, методом GC-MS

$$M_{\text{гексан}} = \frac{W_{A+E} - W_A}{W_S} \times 100, \tag{16}$$

где $M_{\text{гексан}}$ — содержание материала, экстрагируемого гексаном, %;

W_{A+E} — масса колбы А и экстракта, г;

W_A — масса колбы А, г;

W_S — масса образца, г.

11.3.8.1.2 Содержание материала, экстрагируемого метанолом, идентифицированного как полиэфир адипиновой кислоты, методом ATR-FT-IR, %

$$M_{\text{метанол}} = \frac{W_{B+E} - W_B}{W_S} \times 100, \tag{17}$$

где $M_{\text{метанол}}$ — содержание материала, экстрагируемого метанолом, %;

W_{B+E} — масса колбы В и экстракта, г;

W_B — масса колбы В, г;

W_S — масса образца, г.

11.3.8.1.3 Содержание материала, экстрагируемого совокупно (гексаном + метанолом), %

$$M_{te+p} = (16) + (17), \tag{18}$$

где M_{te+p} — содержание экстрагируемого материала, включая пластификатор, %.

Если значение содержания материала, экстрагируемого (гексаном + метанолом), < 30 %, то дальнейшего анализа отдельных пластификаторов не требуется, при этом указывают процент общего содержания экстрагируемого материала при условии, что используют только пластификаторы из таблицы 16.

11.3.8.2 Расчет и идентификация содержания пластификаторов методом анализа GC-MS

11.3.8.2.1 Идентификация пластификаторов

Указывают идентифицированные пластификаторы по 11.3.7.5 и 11.3.7.6.

11.3.8.2.2 Расчет содержания пластификаторов методом GC-MS

11.3.8.2.2.1 Содержание эфира фталевой кислоты по методу GC-MS, %

$$M_{PAE} = \frac{c_{e1} \times 250(ml) \times f}{W_S \times 10\,000}, \quad (19)$$

где M_{PAE} — содержание эфира фталевой кислоты, %;

c_{e1} — концентрация раствора экстракта, мг/см^3;

f — коэффициент разбавления;

W_S — масса образца, г.

$$c_{e1} = (W_{A+E}) - W_A, \quad (20)$$

где c_{e1} — концентрация раствора экстракта, мг/см^3;

W_{A+E} — масса колбы А и экстракта, г;

W_A — масса колбы А, г.

11.3.8.2.2.2 Содержание эфира лимонной кислоты по методу GC-MS, %

$$M_{CAE} = \frac{c_{e2} \times 250(ml) \times f}{W_S \times 100\,000}, \quad (21)$$

где M_{PAE} — содержание эфира лимонной кислоты, %;

c_{e2} — концентрация раствора экстракта, мг/см^3;

f — коэффициент разбавления;

W_S — масса образца, г.

$$c_{e2} = (W_{B+E}) - W_B, \quad (22)$$

где c_{e2} — концентрация раствора экстракта, мг/см^3;

W_{B+E} — масса колбы В и экстракта, г;

W_B — масса колбы В, г.

11.3.8.2.2.3 Содержание эфира алкилсульфоновой кислоты по методу GC-MS, %

$$M_{AAE} = \frac{c_e \times 2509(ml) \times f}{W_S \times 10\,000}, \quad (23)$$

где M_{PAE} — содержание эфира алкилсульфоновой кислоты, %;

c_e — концентрация раствора экстракта, мг/см^3;

f — коэффициент разбавления;

W_S — масса образца, г.

11.3.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) тип и обозначение испытуемого продукта и/или материала;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний, выраженные как:

1) идентифицированные пластификаторы;

2) содержание материала, экстрагируемого гексаном, %;

3) содержание материала, экстрагируемого метанолом, идентифицированного как полиэфир адипиновой кислоты методом ATR-FT-IR, %;

4) содержание материала, экстрагированного (гексаном + метанолом), %;

5) содержание эфира фталевой кислоты по методу GC-MS, %;

6) содержание эфира лимонной кислоты по методу GC-MS, %;

7) содержание эфира алкилсульфоновой кислоты по методу GC-MS, %;

d) указание на любые отклонения от процедуры испытания;

e) дату испытания.

11.4 Определение выбросов бензола, толуола и ксиленов в наборах, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи и наборах для художественного литья

11.4.1 Принцип

Определение выбросов бензола, толуола и ксиленов в наборах, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи, и наборах для художественного литья, выполненных из полистирола, осуществляется парофазной газовой хроматографией масс-спектрометрическим детектором с помощью метода стандартных добавок.

11.4.2 Стандартные вещества и реагенты

Таблица 29 — Стандартные вещества

Химические элементы	Номер CAS
Толуол	108-88-3
Бензол	71-43-2
o-ксилен	95-47-6
m-ксилен	108-38-3
p-ксилен	106-42-3

Таблица 30 — Растворители

Химические элементы	Номер CAS
Метанол	67-56-1
Примечание — В качестве альтернативы вместо метанола рекомендуется использовать растворитель с высокой температурой кипения типа додекана (не содержащий соединения, подлежащие анализу), чтобы уменьшить давление паров в пробирке со свободным пространством над продуктом. Это требуется в том случае, если пробирка со свободным пространством над продуктом не герметизирована (см. условия парофазного анализа в 11.4.3.2).	

11.4.3 Оборудование

11.4.3.1 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором GC-MS

Для измерения бензола, толуола и ксиленов требуется газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором, оснащенный системой инжектора с делением/без деления потока.

Колонка — сшитый 5%-ный фенилметилсилоксан, 95%-ный диметилполисилоксан (DB-VRX[1)]), 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мм (толщина пленки).

Температура впрыска — 300 °С.

Режим впрыскивания — с делением потока, время без деления потока — от 0 до 1,5 мин.

Температура поверхности раздела — 250 °С.

Температура ионного источника — 250 °С.

Время выборки — от 2 до 22 мин.

Диапазон масс-спектрометра — от 30 до 500 m/z.

Получение данных — 1 scan/s.

Может использоваться другое оборудование при условии, что оно дает лучшие или сопоставимые результаты.

Газ-носитель — гелий.

Уклон	Начальная температура, °С	Время выдержки, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время выдержки, мин
1	35	10	7	150	
2	150	0	20	220	6

Растворитель	Типовое время выдержки, мин	Растворитель	Типовое время выдержки, мин
Бензол	3,4	*m*-ксилен	10,5
Толуол	5,6	*o*-ксилен	12,3

[1)] DB-VRX является примером подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является поддержкой данного продукта со стороны CEN.

Условия детектора для определения бензола, толуола и ксиленов:

Ионы для количественного анализа	Главная мишень, m/z
Бензол	78
Толуол	91
Ксилены	91

11.4.3.2 Условия парофазного анализа

Система равновесного давления, герметично укупоренная пробирка с газом-носителем. После достижения равновесия через кран-дозатор за определенное время в колонку вводят летучие вещества образца.

Замкнутая система давления, герметично укупоренная пробирка с газом-носителем. Поворачивают кран, и замкнутая система заполняется образцом. Затем кран поворачивают снова, для того чтобы летучие вещества попали в колонку.

Продувочный газ — гелий (He) при 45 кПа.

Температура термостатирования — 130 °С для тестируемого материала на основе ПВХ, 180 °С для тестируемого материала, изготовленного из полистирола.

Температура иглы — 140 °С для тестируемого материала на основе ПВХ, 190 °С для тестируемого материала, изготовленного из полистирола.

Температура переходной линии — 140 °С для тестируемого материала на основе ПВХ, 190 °С для тестируемого материала, изготовленного из полистирола.

Время впрыска — 0,05 мин.

Время герметизации давлением — 4 мин.

Время термостатирования — 30 мин.

Время извлечения — 0,2 мин.

11.4.3.3 Дополнительное лабораторное оборудование

Стеклянную посуду перед использованием необходимо очистить, предпочтительно ополоснуть несколькими миллилитрами дихлорметана и высушить, чтобы предупредить загрязнение бензола, толуола и ксиленов.

11.4.3.3.1 Аналитические весы с точностью взвешивания 0,1 мг.

11.4.3.3.2 Холодильник, способный поддерживать температуру (4 ± 2) °С.

11.4.3.3.3 Пробирки из коричневого стекла для отбора проб газопаровой фазы.

11.4.3.3.4 Мерные стеклянные пипетки вместимостью 0,5, 1,0, 2,0, 10,0 и 20,0 $см^3$.

11.4.3.3.5 Мерные колбы из коричневого стекла вместимостью 10, 20, 50 и 100 $см^3$.

11.4.3.3.6 Шприц вместимостью 1000 $см^3$.

11.4.4 Подготовка стандартных растворов

Взвешивают около 100 мг каждого стандартного раствора (бензол, толуол, *m*-, *p*-, *o*-ксилен), растворяют в метаноле и в мерной колбе доводят до объема 100 $см^3$. Разводят маточный стандартный раствор метанолом для получения стандартных растворов с концентрацией 5, 10, 20, 50 и 100 мг/$см^3$.

С растворами необходимо работать в стеклянном контейнере (11.4.3.3.3 и 11.4.3.3.5) при температуре (4 ± 2) °С. Маточный стандартный раствор должен быть израсходован в течение одного месяца. Стандартные растворы должны быть свежие.

11.4.5 Отбор проб

Приемлемым образцом для метода являются формирующиеся массы ПВХ и гранулы полистирола. Репрезентативные пробы материала отбираются без последующей гомогенизации. Для предупреждения потери летучих веществ образцы хранятся до анализа в герметичном контейнере.

11.4.6 Подготовка образца

Специальная подготовка образца не требуется. Для материала ПВХ берут образец для анализа как отдельный кусочек схожей формы и взвешивают.

При необходимости для анализа берут образцы каждого цвета.

Взвешивают для анализа (1 ± 0,05) г каждого образца с точностью до 0,001 г в каждую из 5 пробирок, предназначенных для парофазного анализа. Затем добавляют 500 $см^3$ различных стандартных растворов (11.4.4) для получения стандартных добавок 2,5; 5; 10; 25 и 50 мг соответственно.

Быстро герметично укупоривают каждую пробирку и выдерживают при комнатной температуре в течение 1 ч.

11.4.7 Процедура

Перед впрыском нагревают каждый образец для анализа в системе газового хроматографа паровой фазы в течение (30 ± 1) мин при температуре 130 °С для анализа тестируемого материала на

основе ПВХ или 180 °С для анализа тестируемого материала, выполненного из полистирола. Необходимо выполнить также анализ пустой пробирки как холостой пробы, чтобы определить, имеется ли загрязнение в воздухе окружающей среды.

Анализ образцов выполняют с применением условий газового хроматографа по 11.4.3.1.

11.4.8 Оценка результатов

На графике строят область для определенного вещества по отдельной добавленной концентрации. Экстраполяция прямой линии по оси концентрации в абсолютных значениях представляет фактическую концентрацию аналита в образце.

Коэффициент регрессии *r* должен быть лучше 0,995.

11.4.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) тип и обозначение испытуемого продукта и/или материала;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний, выраженные как:

1) бензол, выделяющийся из ПВХ или полистирола, мг/кг;

2) толуол, выделяющийся из ПВХ или полистирола, мг/кг;

3) ксилен, выделяющийся из ПВХ или полистирола, мг/кг;

d) указание на любые отклонения от процедуры испытания;

e) дату испытания.

11.4.10 Критические точки контроля

Объем стандартного вещества должен быть добавлен в пробирку. Учитывая летучесть органических соединений, пробирка должна быть немедленно герметично укупорена.

Время нагревания материала игрушки должно быть (30 ± 1) мин для каждого образца для анализа. Температуру в отделении термостатирования паровой фазы необходимо контролировать при температуре (130 ± 3) °С для формующихся масс на основе ПВХ и (180 ± 5) °С для гранул полистирола.

Резиновая прокладка пробирки для парофазного анализа не должна влиять на результат (инертность, отсутствие выбросов, отсутствие абсорбции).

11.5 Определение содержания стирола в гранулах полистирола

11.5.1 Принцип

Количество стирола в полистироле определяется газовой хроматографией с применением масс-спектрометрии в качестве системы определения. Количественная оценка осуществляется с помощью калибровки по внешним стандартам мономера стирола.

Данный метод пригоден для количественного определения стирола в примерном диапазоне концентраций аналита от 50 до 3000 мг/кг полистирола.

11.5.2 Стандартные вещества и реагенты

11.5.2.1 Стандартные вещества

Таблица 31 — Стандартные вещества

Химическое вещество
Стирол, при температуре (4 ± 2) °С

11.5.2.2 Реагенты

Таблица 32 — Реагенты

Химическое вещество
Дихлорметан
Метанол

11.5.3 Оборудование

11.5.3.1 Газовый хроматограф, оснащенный инжектором с разделением/без разделения потока и GC-колонкой масс-спектрометрического детектора, способной отделять стирол от смесей растворителей и полностью удалять добавки в полистироле, например:

колонка — сшитый 5%-ный фенилметилсилоксан, 95%-ный диметилполисилоксан (DB-VRX), 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мм (толщина пленки) или эквивалентная.

Газ-носитель — гелий.

При использовании данных условий типовое время выдерживания для стирола составляет примерно 12,5 мин.

Уклон	Начальная температура, °С	Время удержания, мин	Скорость, С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время удержания, мин
1	35	10	7	150	
2	150	0	20	220	6

Условия впрыска:

Температура впрыска — 250 °С.

Объем впрыска — 2 $см^3$.

Режим впрыска — без деления потока, кран-дозатор закрыт от 0 до 1,5 мин.

Условия детектора для определения стирола:

Система определения — квадрупольный масс-спектрометр.

Режим-SIM (контроль заданных ионов), акцентированный на ионах — 104 и 78 m/z.

Температура поверхности раздела — 250°С.

Температура ионного источника — 250°С.

Время выборки — от 3 до 25 мин.

Получение данных — 2 scan/s.

11.5.3.2 Общее оборудование и стеклянная посуда, используемые в лаборатории.

11.5.3.3 Аналитические весы с точностью взвешивания 0,1 мг.

11.5.3.4 Центрифуга, способная обеспечивать не менее 2300 *g.*

11.5.3.5 Холодильник, способный поддерживать температуру (4 ± 2) °С.

11.5.3.6 Стеклянные контейнеры, оснащенные притертыми пробками.

При проведении испытаний не применять пластмассовое оборудование. Стеклянную посуду необходимо вымыть, ополоснуть несколькими миллилитрами смеси растворителей (дихлорметан и метанол) и высушить перед использованием.

11.5.3.7 Мерная колба и мерные пипетки

11.5.4 Приготовление стандартных растворов

Готовят маточный стандартный раствор, растворив 80 мг стирола в метаноле, затем в мерной колбе дополняют до 100 $см^3$. Разбалтывают маточный стандартный раствор смесью дихлорметана и метанола (2 + 1) (по объему) для получения калибровочных растворов с концентрацией 0,4; 1; 5; 10 и 20 мг/$см^3$.

Стандартные растворы должны храниться при температуре (4 ± 2) °С и использоваться в течение двух недель после приготовления.

11.5.5 Отбор проб

Гранулы каждого цвета должны испытываться отдельно.

11.5.6 Подготовка образца

Специальной подготовки образца не требуется.

11.5.7 Процедура

Взвешивают (1,5 ± 0,1) г образца для анализа с точностью до 0,001 г и помещают в коническую колбу с притертой стеклянной пробкой вместимостью 50 $см^3$. Добавляют 10,0 $см^3$ дихлорметана. Осторожно взбалтывают раствор до полного растворения полимера (может потребоваться до 24 ч). Затем добавляют 5,0 $см^3$ метанола и размешивают, чтобы полимер выпал в осадок. Для завершения разделения фаз перед анализом раствор должен быть помещен в центрифугу.

Анализ выполняют калибровочным раствором методом GC/MS, используя условия по 11.5.3.1. Строят пятиточечный калибровочный график отклика по концентрации стирола (мг/$см^3$). Затем выполняют анализ раствора образца, используя идентичные условия.

11.5.8 Оценка результатов

Концентрация стирола (мг/$см^3$) в растворе образца интерполируется непосредственно по графику и содержанию стирола (мг/кг) в образце, рассчитанному следующим образом:

$$M_{st} = \frac{c_{st} \times 15}{W_S \times 1000}, \quad (24)$$

где M_{st} — содержание свободного стирола в образце полистирола, мг/кг;

c_{st} — концентрация стирола, полученная по калибровочной кривой, мг/дм^3;

W_S — масса образца, г.

Результаты, выраженные в миллиграммах стирола на килограмм полистирола, указываются как среднее значение двух (и более) определений.

11.5.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) тип и обозначение испытуемого продукта и/или материала;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний, указываемые как содержание стирола в образце полистирола, мг/кг;

d) указание на любые отклонения от процедуры испытания;

e) дату испытания.

11.6 Определение органических растворителей

11.6.1 Общие положения

В *химических игрушках* допускается использование лишь определенных растворителей, а в отдельных случаях количество этих растворителей не должно превышать максимальный предел. Для 27 растворителей, перечисленных в таблице 33, требуется идентификация с минимальным уровнем определения 0,2 %. В таблице В.1 приведена методика для каждого типа образца и растворителя.

Таблица 33 — Растворители/Идентификация

Растворитель	Статья(и) и таблица(ы) с указанием требования(й)
Ацетон (диметил кетон)	8.2.2, таблица 12
Циклогексан	8.2.2, таблица 12
Пентан-3-он (диэтил кетон)	8.2.2, таблица 12
Этил ацетат	8.2.2, таблица 12
Этанол (этиловый спирт)	8.2.2, таблица 12; 8.3.1 и 8.3.1, таблица 14
Пропан-2-ил ацетат (изопропилацетат)	8.2.2, таблица 12
Пропан-2-ол (изопропиловый спирт)	8.2.2, таблица 12; 8.3.1 и 8.3.1, таблица 14
Метилацетат	8.2.2, таблица 12
Бутан-2-оне (метилэтил кетон)	8.2.2, таблица 12; 8.4.1, таблица 16
3-метилбутан-2-оне (метилизопропил кетон)	8.2.2, таблица 12
н-бутил ацетат	8.2.2, таблица 12
н-пропил ацетат	8.2.2, таблица 12
1-метоксипропан-2-ол	8.2.2, таблица 12; 8.3.1, таблица 14; 8.4.1, таблицы 15 и 16
1,1-диметоксиэтан	8.2.2, таблица 12
н-гексан	8.2.2, 8.4
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 60 °С до 140 °С)	8.2.2, таблица 12; 8.4.1, таблица 16
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 135 °С до 210 °С)	8.2.2, таблица 12; 8.4.1, таблица 16
Пропан-1,2-диол (пропиленгликоль)	8.3 и 8.3.1, таблица 14
2-метилпентан-2,4-диол (гексиленгликоль)	8.3 и 8.3.1, таблица 14
Бутан-1-ол (*н*-бутиловый спирт)	8.4.1, таблица 16
2-метилпропан-1-ол (изобутанол)	8.4.1, таблица 16
1-метоксипропан-2-ил ацетат	8.4.1, таблица 16

Окончание таблицы 33

Растворитель	Статья(и) и таблица(ы) с указанием требования(й)
3-метокси-бутил ацетат	8.4.1, таблица 16
Бутилгликолят (буллит гидроксиацетат)	8.2.1.2.1, таблица 7
Капролактама	8.2.1.2.1, таблица 7
2-(2-бутоксиэпокси) этил ацетат	8.2.1.2.1, таблица 7
Глицерол триацетат	8.4.1, таблица 16

Для 12 растворителей, перечисленных в таблице 34, требуется определение с минимальным пределом 0,1 %.

Таблица 34 — Растворители/Идентификация

Растворитель	Максимально допустимая концентрация
Бутилгликолят (бутил гидроксиацетат)	3 %
Капролактама	5 %
2-(2-бутоксиэпокси)этил ацетат	3 %
н-гексан	0,5 %
2-метилпропан-1-ол (изобутиловый спирт)	2 %
Бутан-1-ол (*н*-бутиловый спирт)	2 %
Этанол (этиловый спирт)	10 % (общее) в красках на водной основе и лаках
Пропан-2-ол (изопропиловый спирт)	
Пропан-1,2-диол (пропиленгликоль)	
2-метилпентан-2,4-диол (гексиленгликоль)	
1-метоксипропан-2-ол	
1-метоксипропан-2-ол	20 % в красках на основе растворителя
Примечание — Максимально допустимые концентрации указаны лишь в целях информирования.	

11.6.2 Принцип

Растворители идентифицируются парофазной газовой хроматографией с пламенно-ионизационным детектором HS-GC-FID с использованием двух колонок для сравнительной идентификации или газовой хроматографией с масс-спектрометрическим детектором GC-MS.

Растворители определяются при помощи одного из следующих методов в зависимости от летучести растворителя и матрицы образца:

1) парофазная газовая хроматография с пламенно-ионизационным детектором HS-GC-FID для определения летучих растворителей (температура кипения ≤ 120 °С);

2) газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектором GC-MS для определения нелетучих растворителей (температура кипения > 120 °С);

3) газовая хроматография с пламенно-ионизационным детектором GC-FID для определения пропан-1,2-диола.

Определение нефтяных фракций — по EN ISO 22854.

11.6.3 Стандартные растворители и реагенты

11.6.3.1 Стандартные растворители

Таблица 35 — Растворители

Химические вещества	Номер CAS	Плотность, г/см^3 [a)]
Ацетон	67-64-1	0,791
Циклогексан	110-82-7	0,778

Окончание таблицы 35

Химические вещества	Номер CAS	Плотность, г/см^3 [a)]
Пентан-3-он	96-22-0	0,853
Этил ацетат	141-78-6	0,902
Этанол (этиловый спирт)	64-17-5	0,785
Пропан-2-ил ацетат (изопропил ацетат)	108-21-4	0,872
Пропан-2-ол	67-63-0	0,785
Метилацетат	79-20-9	0,932
Бутан-2-оне	78-93-3	0,806
3-метилбутан-2-оне	563-80-4	0,805
Бутил ацетат	123-86-4	0,872
Пропил ацетат	109-60-4	0,888
1-метоксипропан-2-ол	107-98-2	0,922
1,1-диметоксиэтан	534-15-6	0,852
пропан-1,2-диол	57-55-6	1,036
2-метилпентан-2,4-диол	107-41-5	0,925
1-метоксипроп-2-ил ацетат	108-65-6	0,969
3-метокси-бутил ацетат	4435-53-4	0,96
2-метилпропан-1-ол	78-83-1	0,803
Бутан-1-ол	71-36-3	0,810
н-гексан	110-54-3	0,659
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 60 °С до 140 °С) [b)]	64742-89-8	—
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 135 °С до 210 °С) [b)]	64742-88-7	—
Бутилгликолят	7397-62-8	1,019
Капролактама	105-60-2	—
2-(2-бутоксиэпокси)этил ацетат	124-17-4	0,978
Глицерол триацетат (триацетин)	102-76-1	1,155

[a)] Значения плотности для чистого вещества.

[b)] Основные нефтяные фракции отсутствуют в коммерческой продаже; дается ссылка на ближайшее соответствие.

11.6.3.2 Реагенты

Таблица 36 — Реагенты

Химикат	Номер CAS
Диметилформамид (DMF)	68-12-2
Хлорид натрия	7647-14-5
Дихлорметан	75-09-2
Метанол	67-56-1
Хлорид натрия, 10%-ный водный раствор (соляной раствор)	

11.6.4 Оборудование

11.6.4.1 Аналитические весы с точностью взвешивания 0,1 мг.

11.6.4.2 Виала для парофазного анализа стеклянная, вместимостью 22 см^3, с обжимной крышкой.

11.6.4.3 Стеклянная мерная колба вместимостью 20 см^3.

11.6.4.4 Мерная колба вместимостью 50 см^3.

11.6.4.5 Мерная колба вместимостью 100 $см^3$.

11.6.4.6 Стеклянная мерная посуда общего назначения.

11.6.4.7 Пипетки с регулируемым объемом (диапазон от 0,02 до 10,00 $см^3$).

11.6.4.8 Фильтровальная бумага лабораторная, общего назначения, среднего удержания, средняя/ высокая скорость потока, размер пор 11 мм.

11.6.4.9 Шприцевый фильтр, нейлоновая мембрана, 0,45 мм.

11.6.4.10 Шприцевый фильтр, мембрана из ацетата целлюлозы без применения поверхностно-активных добавок (SFCA), 0,45 мм.

11.6.4.11 Парофазный газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором HS-GC-FID

Поляризованная колонка — полиэтиленгликоль (ZB-Wax), 60 м × 0,32 мм (внутренний диаметр) × × 0,5 мм (толщина пленки).

Неполяризованная колонка — диметилполисилоксан (ZB-1), 60 м × 0,32 мм (внутренний диаметр) × × 1,0 мм (толщина пленки).

Газ-носитель — гелий.

Разделенный поток — 18 $см^3$/мин (газовый хроматограф без паровой фазы над жидкостью).

Колонка поток — 1,19 $см^3$/мин при температуре 50 °С.

Низкий поток при температуре 220 °С.

Давление на входе в колонку — 10,5 psi (0,072 МПа).

Продувка резиновой прокладки инжектора — 4 $см^3$/мин.

Разделенный поток — 51 $см^3$/мин (газовый хроматограф с паровой фазой над жидкостью).

Время установления равновесия — 45 мин.

Температура равновесия — 80 °С.

Тип впрыска — с разделением потока.

Температура переходной линии — 250 °С.

Температура детектора — 250 °С.

Время анализа — 35 мин.

Программа печи:

Уклон	Начальная температура, °С	Время удержания, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время удержания, мин
1	50	1	2,5	100	
2	100	0,5	10	220	5

11.6.4.12 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором GC-MS

Колонка — 50%-ный фенилметилполисилоксан (ZB-50), 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × × 0,25 мм (толщина пленки).

Газ-носитель — гелий.

Скорость потока — 0,8 $см^3$/мин.

Температура инжектора — 290 °С.

Объем впрыска — 2 $см^3$.

Тип впрыска — с разделением потока/без деления потока.

Температура переходной линии — 280 °С.

Диапазон сканирования детектора — от 50 до 550 m/z.

Время анализа — 25 мин.

Программа печи:

Уклон	Начальная температура, °С	Время удержания, мин	Скорость °С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время удержания, мин
1	40	4	20	280	
2	280	4	20	300	2

11.6.4.13 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором GC-FID

Колонка — полиэтиленгликоль (ZB-Wax), 30 м × 0,32 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мм (толщина пленки).

Газ-носитель — гелий.

Скорость потока — 1,6 см^3/мин.
Температура инжектора — 250 °С.
Тип впрыска — с разделением потока (отношение деления потока 100 : 1).
Объем впрыска — 0,2 см^3.
Температура переходной линии — 250 °С.
Температура детектора — 250 °С.
Время анализа — 35 мин.
Программа печи:

Уклон	Начальная температура, °С	Время выдержки, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время выдержки, мин
1	50	0,55	7	75	
2	75	4	4	110	6

11.6.5 Приготовление стандартных растворов

Примечание — Испытания стабильности установили, что маточные растворы растворителей (> 10 мг/см^3) могут храниться в течение 6 мес. в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С.

11.6.5.1 Маточные растворы для идентификации и определения растворителей с использованием HS-GC-FID

Для каждого растворителя, приведенного в таблице 37 (за исключением *н*-гексана), готовят маточный раствор 250 мг/см^3 (25 % *m/v*), используя пипетку с регулируемым объемом (11.6.4.7) для подачи растворителя рассчитанного объема (эквивалентного 12,5 г растворителя) в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (11.6.4.4), и дополняют до метки с DMF (11.6.3.2).

Объем каждого летучего органического растворителя, который требуется поместить в мерную колбу вместимостью 50 см^3, вычисляют по формуле:

$$V_s = \frac{V_f \times d_s}{c_{sst}}, \quad (25)$$

где V_s — объем растворителя, см^3;
V_f — объем колбы, см^3;
c_{sst} — концентрация маточного раствора, мг/см^3;
d_s — плотность растворителя, мг/см^3.

Для *н*-гексана готовят маточный раствор 100 мг/см^3 учитывая более низкую смешивающую способность *н*-гексана в DMF.

Таблица 37 — Органические растворители для анализа методом HS-GC-FID

Органический растворитель
Ацетон
Циклогексан
Пентан-3-он
Этил ацетат
Этанол
Пропан-2-ил ацетат
Пропан-2-ол
Метилацетат
Бутан-2-он
3-метилбутан-2-он
Бутил ацетат
Пропил ацетат

Органический растворитель
1-метоксипропан-2-ол
1,1-диметоксиэтан
2-метилпропан-1-ол
Бутан-1-ол
н-гексан

11.6.5.2 Маточные растворы для идентификации и определения растворителей с использованием GC-MS

Готовят маточный раствор 10 мг/см^3 для каждого органического растворителя, указанного в таблице 38, отвесив 1,00 г растворителя в мерную колбу объемом 100 см^3 (11.6.4.5) и доведя объем до линии градуировки дихлорметаном.

Таблица 38 — Органические растворители для анализа по методу GC-MS

Органический растворитель
Бутил ацетат
1-метоксипропан-2-ил ацетат
2-метилпентан-2,4-диол
3-метоксибутилацетат
Бутилгликолят
2-(2-бутоксиэпокси)этилацетат
Капролактама
Глицерол триацетат
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 60 °С до 140 °С)
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 135 °С до 210 °С)

11.6.5.3 Маточный раствор для идентификации и определения пропан-1,2-диола

Готовят маточный раствор 10 мг/см^3 для пропан-1,2-диола, отвесив 1,00 г пропан-1,2-диола в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доведя объем до линии градуировки дихлорметаном.

11.6.5.4 Калибровочные растворы

Примечание — Испытания на стабильность показали, что рабочие растворы могут храниться в течение 6 мес в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С.

11.6.5.4.1 Калибровочные растворы для идентификации растворителей с использованием HS-GC-FID

Готовят рабочие растворы 50 мг/см^3 с составами согласно таблице 39 на соответствие таблице 43, поместив пипеткой вместимостью 10,00 см^3 каждого соответствующего маточного раствора 250 мг/см^3 (11.6.5.1) в четыре отдельные мерные колбы вместимостью 50 см^3 и доведя объем до линии градуировки с DMF.

Таблица 39 — Рабочий раствор 1

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 1
Этанол	250 мг/см^3	50 мг/см^3
Пропан-2-ол	250 мг/см^3	
1-метоксипропан-2-ол	250 мг/см^3	

Таблица 40 — Рабочий раствор 2

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 2
Ацетон	250 мг/см^3	50 мг/см^3
Этилацетат	250 мг/см^3	
3-метилбутан-2-оне	250 мг/см^3	
2-метилпропан-1-ол	250 мг/см^3	

Таблица 41 — Рабочий раствор 3

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 3
1,1-диметоксиэтан	250 мг/см^3	50 мг/см^3
Бутан-2-оне	250 мг/см^3	
Пропилацетат	250 мг/см^3	
Бутан-1-ол	250 мг/см^3	

Таблица 42 — Рабочий раствор 4

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 4
Метилацетат	250 мг/см^3	50 мг/см^3
Циклогексан	250 мг/см^3	
Бутилацетат	250 мг/см^3	
Пентан-3-оне	250 мг/см^3	
Изопропилацетат	250 мг/см^3	

Готовят рабочий раствор 50 мг/см^3 для гексана (см. таблица 43), поместив пипеткой 25,00 см^3 маточного раствора гексана 100 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доведя объем до линии градуировки с DMF.

Таблица 43 — Рабочий раствор 5

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 5
н-гексан	100 мг/см^3	50 мг/см^3

11.6.5.4.2 Калибровочные растворы для идентификации растворителей в материалах на водной основе

Готовят калибровочные растворы a и b по таблице 44 в соляном растворе (11.6.3.2) для рабочего раствора 1, используя пипетку с регулируемым объемом, в пробирках для парофазного анализа (11.6.4.2). Для обеспечения герметичности виалу для парофазного анализа плотно укупоривают крышкой, затем встряхивают каждую виалу до получения однородного раствора.

Примечание — Соляной раствор используется для увеличения определения чувствительности посредством снижения растворимости органических молекул в водной фазе [эффект высаливания].

Таблица 44 — Калибровочные растворы в соляном растворе для материалов на водной основе

Объем 50 мг/см^3 добавляемого рабочего раствора, см^3		Объем 10%-ного добавляемого соляного раствора, см^3	Общий объем рабочего раствора и соляного раствора, см^3	Масса растворителя в виале для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация в образце, %
a	0,40	4,60	5,00	20	2
b	0,04	4,96	5,00	2,0	0,2

11.6.5.4.3 Калибровочные растворы для идентификации растворителей в материалах на основе растворителя

Используя пипетку с регулируемым объемом, готовят калибровочные растворы a и b в DMF для каждого рабочего раствора (с 1 по 5) в пробирках для парофазного анализа согласно таблице 45. Для обеспечения герметичности виалу для парофазного анализа плотно укупоривают крышкой, затем встряхивают каждую виалу до получения однородного раствора.

Таблица 45 — Калибровочные растворы в DMF для материалов на основе растворителя

Объем 50 мг/см^3 добавляемого рабочего раствора, см^3		Объем добавляемого DMF, см^3	Общий объем рабочего раствора и DMF, см^3	Масса растворителя в виале для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация образца, %
a	0,40	4,60	5,00	20	2
b	0,04	4,96	5,00	2,0	0,2

11.6.5.4.4 Калибровочные растворы для определения растворителей с использованием HS-GC-FID

В зависимости от матрицы и определяемого растворителя готовят калибровочные растворы с a по e для бутан-1-ол, 2-метилпропан-1-ол, *н*-гексана, 1-метоксипропан-2-ол, этанола и пропан-2-ол, поместив пипеткой указанные количества (согласно таблице 46 на соответствие таблице 49) DMF или соляного раствора (11.6.3.2) согласно калибровочному раствору (11.6.5.4.1) или маточному раствору (11.6.5.1) в виалу для парофазного анализа. Для обеспечения герметичности виалу для парофазного анализа плотно укупоривают крышкой, затем встряхивают каждую виалу до получения однородного раствора.

Таблица 46 — Калибровочные растворы в DMF для бутан-1-ол и 2-метилпропан-1-ол

Объем добавляемого рабочего раствора 2 или 3, см^3		Объем добавляемого DMF, см^3	Общий объем рабочего раствора и DMF, см^3	Масса растворителя в виале для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация образца, %
a	0,80	4,20	5,00	40	4,0
b	0,40	4,60	5,00	20	2,0
c	0,20	4,80	5,00	10	1,0
d	0,10	4,90	5,00	5,0	0,5
e	0,05	4,95	5,00	2,5	0,25

Таблица 47 — Калибровочные растворы в DMF или соляном растворе для *н*-гексана

Объем 100 мг/см^3 добавляемого маточного стандартного раствора, см^3		Объем добавляемого DMF, см^3	Общий объем маточного стандартного раствора и DMF, см^3	Масса растворителя в виале для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация образца, %
a	1,00	4,00	5,00	100	10
b	0,80	4,20	5,00	80	8
c	0,50	4,50	5,00	50	5
d	0,20	4,80	5,00	20	2
e	0,10	4,90	5,00	10	1

Таблица 48 — Калибровочные растворы в DMF для 1-метоксипропан-2-ол

Объем 250 мг/см^3 добавляемого рабочего раствора, см^3		Объем добавляемого DMF, см^3	Общий объем маточного стандартного раствора и DMF, см^3	Масса растворителя в виале для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация образца, %
a	1,20	3,80	5,00	300	30
b	1,00	4,00	5,00	250	25
c	0,60	4,40	5,00	150	15
d	0,40	4,60	5,00	100	10
e	0,20	4,80	5,00	50	5

Таблица 49 — Калибровочные растворы в соляном растворе для 1-метоксипропан-2-ол, этанола и пропан-2-ол

Объем 250 мг/см^3 добавляемого маточного стандартного раствора, см^3		Объем добавляемого 10%-ного соляного раствора, см^3	Общий объем маточного стандартного раствора и соляного раствора, см^3	Масса растворителя в виале для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация образца, %
a	0,80	4,20	5,00	200	20
b	0,40	4,60	5,00	100	10
c	0,20	4,80	5,00	50	5
d	0,08	4,92	5,00	20	2
e	0,04	4,96	5,00	10	1

11.6.5.4.5 Калибровочные растворы для идентификации растворителей с использованием GC-MS

Готовят калибровочные растворы a и b для каждого набора растворителей с A по E, как указано в таблице 50, поместив пипеткой соответствующие объемы соответствующих маточных растворов 10 мг/см^3 (11.6.5.2) в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доведя объем до линии градуировки дихлорметаном.

Таблица 50 — Калибровочные растворы для идентификации растворителей методом GC-MS

Набор	Органический растворитель	Концентрация калибровочного раствора a, мг/см^3	Концентрация калибровочного раствора b, мг/см^3
A	Пропан-1,2-диол	1,00	0,05
B	Бутилацетат 1-метоксипропан-2-ил ацетат 2-метилпентан-2,4-диол 3-метоксибутил ацетат	0,02	0,005
C	Бутилгликолят 2-(2-бутоксиэтокси)этилацетат	0,25	0,05
D	Капролактама Глицерол триацетат	0,02	0,005
E	Нефтяные фракции (диапазон кипения от 60 °C до 140 °C) Нефтяные фракции (диапазон кипения от 135 °C до 210 °C)	0,25	0,05

11.6.5.4.6 Калибровочный раствор для определения растворителей с использованием GC-MS

Готовят калибровочные растворы с a по e для 2-(2-бутоксиэпокси) этил ацетата, бутилгликолята, ε-капролактама и 3-метилпентан-2,4-диола, как указано в таблице 51, поместив пипеткой указанный объем (согласно таблице 51 на соответствие таблице 54) соответствующего маточного раствора 10 мг/см^3 (11.6.5.2) в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доведя объем до метки дихлорметаном.

Т а б л и ц а 51 — Калибровочные растворы для 2-(2-бутоксиэпокси) этил ацетата

Объем 10 мг/см^3 необходимого маточного стандартного раствора, см^3		Концентрация калибровочного раствора, мг/см^3	Эквивалентная концентрация образца, % [a), b)]
a	0,50	0,050	15
b	0,25	0,025	7,5
c	0,10	0,010	3
d	0,075	0,0075	2,25
e	0,005	0,005	1,5
[a)] Исходя из того, что для анализа берется 1000 г образца и применяется разбавление в 11.6.5.4.1. [b)] Для справки.			

Т а б л и ц а 52 — Калибровочные растворы для бутилгликолята

Объем 10 мг/см^3 необходимого маточного стандартного раствора, см^3		Концентрация калибровочного раствора, мг/см^3	Эквивалентная концентрация образца, % [a), b)]
a	2,50	0,25	5
b	2,00	0,20	4
c	1,50	0,15	3
d	1,00	0,10	2
e	0,50	0,05	1
[a)] Исходя из того, что для анализа берется 1000 г образца и применяется разбавление в 11.5.4.1. [b)] Для справки.			

Т а б л и ц а 53 — Калибровочные растворы для ε-капролактама

Объем 10 мг/см^3 необходимого маточного стандартного раствора, см^3		Концентрация калибровочного раствора, мг/см^3	Эквивалентная концентрация образца, % [a), b)]
a	0,20	0,020	10
b	0,10	0,010	5
c	0,08	0,008	4
d	0,06	0,006	3
e	0,05	0,005	2,5
[a)] Исходя из того, что для анализа берется 1000 г образца и применяется разбавление в 11.6.5.4.1. [b)] Для справки.			

Т а б л и ц а 54 — Калибровочные растворы для 2-метилпентан-2,4-диола

Объем 10 мг/см^3 необходимого маточного стандартного раствора, см^3		Концентрация калибровочного раствора, мг/см^3	Эквивалентная концентрация образца, % [a), b)]
a	0,50	0,050	15
b	0,25	0,025	7,5
c	0,10	0,010	3
d	0,075	0,0075	2,25
e	0,005	0,005	1,5
[a)] Исходя из того, что для анализа берется 1000 г образца и применяется разбавление в 11.6.5.4.1. [b)] Для справки.			

11.6.5.4.1 Калибровочные растворы для определения пропан-1,2-диола с применением GC-FID

Готовят калибровочные растворы от a до e для пропан-1,2-диола, поместив пипеткой указанный объем (согласно таблице 55) маточного раствора 10 мг/см^3 пропан-1,2-диола (11.6.5.3) в ряд мерных колб на 100 см^3 и доведя объем до отметки дихлорметаном.

Таблица 55 — Калибровочные растворы для определения пропан-1,2-диола методом GC-FID

Объем 10 мг/см^3 необходимого маточного стандартного раствора, см^3		Концентрация калибровочного раствора, мг/см^3	Эквивалентная концентрация 1 г образца, % [a), b)]
a	5,00	0,50	20
b	4,00	0,40	16
c	3,00	0,30	12
d	2,00	0,20	8
e	1,00	0,10	4
[a)] Исходя из того, что для анализа берется 1000 г образца и применяется разбавление в 11.6.5.4.1. [b)] Для справки.			

11.6.6 Отбор проб

Из контейнера отбирают пробу образца для анализа. В контейнере образцы упакованы в пробирки и бутылочки, которые выпускают летучие компоненты в атмосферу при открытии. После открытия контейнера образец помещают стеклянной палочкой, чтобы по возможности привести образец в однородное состояние. Для образцов ≤ 1 г весь образец необходимо поместить в пробирку или виалу для отбора проб.

11.6.7 Подготовка образца

11.6.7.1 Общие положения

Для минимизации потерь образцы растворителя необходимо до вскрытия охладить в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С в течение 1 ч.

11.6.7.2 Подготовка образца для идентификации и определения растворителей методом HS-GC-FID

Отвешивают (1,0 ± 0,05) г с точностью до 0,001 г образца для анализа в виалу для парофазного анализа и регистрируют массу. Для водных образцов добавляют 5 см^3 соляного раствора, а для безводных образцов добавляют 5 см^3 DMF. Затем быстро закрывают виалу крышкой, встряхивают, чтобы привести раствор в однородное состояние.

11.6.7.3 Подготовка образца для идентификации растворителей по методу GC-MS

Примечание — Рекомендуется производить очистку образца до впрыска его в газовый хроматограф. Поскольку растворители, идентифицируемые данным методом, имеют низкую летучесть, возможны минимальные потери.

11.6.7.3.1 Образцы клея, разбавителя и краски на основе растворителя

Отвешивают (1,0 ± 0,05) г с точностью до 0,001 г образца для анализа в химический стакан на 50 см^3 и добавляют 5 см^3 дихлорметана. Растворяют образец для анализа плавными кругообразными движениями и отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 20 см^3, используя фильтровальную бумагу (11.6.4.8), затем дополняют по объему до отметки дихлорметаном. Для растворов образцов клея и краски может потребоваться дополнительная фильтрация перед впрыском в GC-MS с использованием 0,45-миллиметрового шприцевого фильтра (11.6.4.9). Помещают пипеткой 1 см^3 образца раствора в виалу с зажимной крышкой.

11.6.7.3.2 Образцы клея на водной основе

Отвешивают (1,0 ± 0,05) г с точностью до 0,001 г образца для анализа в химический стакан вместимостью 50 см^3 и добавляют 5 см^3 воды. Растворяют образец для анализа плавными кругообразными движениями и отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 20 см^3, применяя фильтровальную бумагу, затем дополняют по объему до отметки метанолом. Для некоторых растворов может потребоваться дополнительная фильтрация перед впрыском в GC-MS с использованием 0,45-миллиметрового шприцевого фильтра из ацетата целлюлозы, не содержащего ПАВ (SFCA) (11.6.4.10). Помещают пипеткой 1 см^3 образца раствора в виалу с зажимной крышкой.

11.6.7.3.3 Образцы краски на водной основе

Отвешивают (1,0 ± 0,05) г с точностью до 0,001 г образца для анализа в химический стакан вместимостью 50 $см^3$ и добавляют 5 $см^3$ метанола. Растворяют образец для анализа плавными кругообразными движениями и отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 20 $см^3$, применяя фильтровальную бумагу (11.6.4.8), затем дополняют по объему до отметки метанолом. Для некоторых растворов может потребоваться дополнительная фильтрация перед впрыском в GC-MS с использованием 0,45-миллиметрового шприцевого фильтра из SFCA (11.6.4.10). Помещают пипеткой 1 $см^3$ образца раствора в виалу с зажимной крышкой.

11.6.7.4 Подготовка образца для определения отдельных растворителей по методу GC-MS

Для определения 2-(2-бутоксиэпокси) этилацетата, бутилгликолята, ε-капролактама и 2-метилпентан-2,4-диола потребуется раствор образца, приготовленный по 11.6.7.3, дополнительно разведенный в дихлорметане или метаноле для обеспечения концентрации аналита в пределах калибровочного диапазона. Разбавление приведено в таблице 56. Помещают пипеткой 1 мл разбавленного раствора образца в виалу с зажимной крышкой для анализа по методу GC-MS.

Таблица 56 — Коэффициенты разбавления для количественного определения растворителей по методу GC-MS и GC-FID

Растворитель	Разбавление	Коэффициент разбавления
2-(2-бутоксиэпокси)этилацетат	1 $см^3$ в 150 $см^3$ дихлорметан	150
Бутилгликолят	1 $см^3$ в 10 $см^3$ дихлорметан	10
ε-капролактам	1 $см^3$ в 250 $см^3$ дихлорметан	250
2-метилпентан-2,4-диол	1 $см^3$ в 150 $см^3$ дихлорметан	150
Пропан-1,2-диол	1 $см^3$ в 20 $см^3$ дихлорметан	20

11.6.7.5 Подготовка образца для определения пропан-1,2-диола с применением GC-FID

Для определения пропан-1,2-диола необходим раствор образца, подготовленный по 11.6.7.2, который при необходимости разбавляется дихлорметаном или метанолом для достижения концентрации аналита в пределах калибровочного диапазона. Необходимое разбавление приведено в таблице 56. Помещают пипеткой 1 $см^3$ разбавленного раствора образца в виалу с зажимной крышкой для анализа методом GC-FID.

11.6.8 Процедура

11.6.8.1 Идентификация растворителей с использованием HS-GC-FID

Для идентификации растворителей в *красках и лаках на водной основе* строится двухточечный калибровочный график по растворам, приготовленным по 11.6.5.4.2.

Для идентификации растворителей в *красках и лаках, содержащих растворитель,* строится двухточечный калибровочный график по растворам, приготовленным по 11.6.5.4.3.

Анализ выполняют калибровочным раствором методом HS-GC-FID, применяя условия по 11.6.4.13. Порядок элюирования для растворителей в хроматограмме при использовании поляризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 0,50 мм (ZB-WAX) приведен на рисунке 3 и в таблице 57.

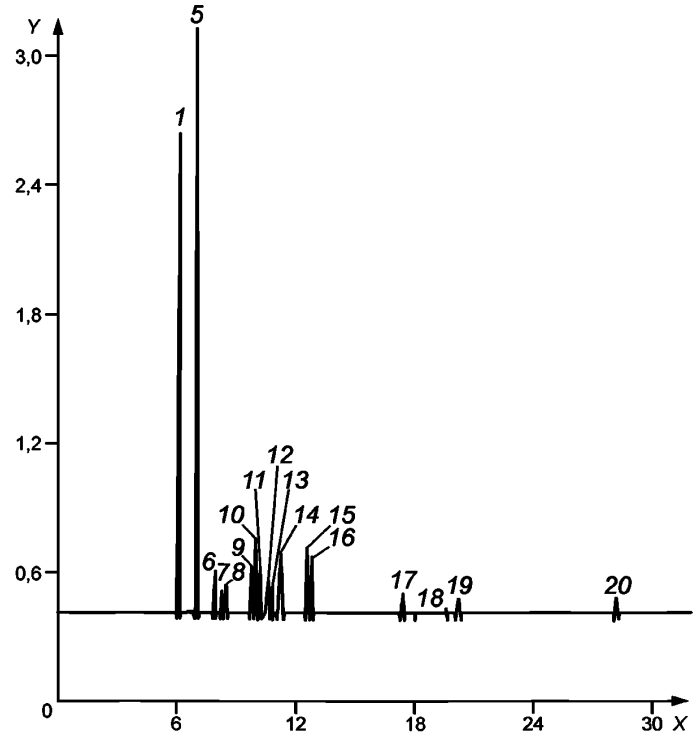


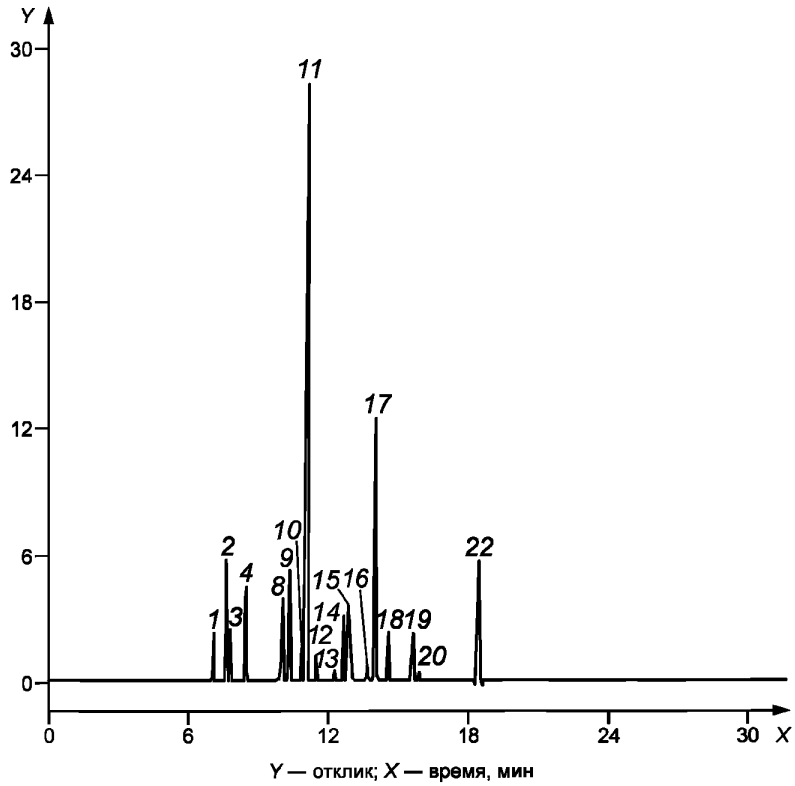
Рисунок 3 — Хроматограмма смеси органических растворителей по методу HS-GC-FID с использованием поляризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 0,50 мм (ZB-WAX)

Таблица 57 — Типовые значения времени удержания для растворителей при использовании поляризованной колонки (ZB-WAX)

Номер пика	Растворитель	Время удерживания, мин	Номер пика	Растворитель	Время удерживания, мин
1	*н*-гексан	6,18	13	Этанол	11,0
5	Циклогексан	7,07	14	3-метилбутан-2-ол	11,1
6	1,1-диметоксиэтан	7,93	15	Пропил ацетат	12,5
7	Ацетон	8,28	16	Пентан-3-оне	12,7
8	Метилацетат	8,50	17	2-метилпропан-1-ол	17,3
9	Этил ацетат	9,75	18	1-метоксипропан-2-ол	19,5
10	Пропан-2-ил ацетат	10,0	19	Бутан-1-ол	20,1
11	Бутан-2-оне	10,2	20	Диметилформамид	28,1
12	Пропан-2-ол	10,7			

Выполняют анализ образца в виале для парофазного анализа, приготовленного по 11.6.7.2, методом HS-GC-FID с использованием условий, идентичных для калибровочных растворов. Для обеспечения идентификации растворителей или любых иных соединений проводят сравнение хроматограммы образца с эталонными стандартами. Подтверждение идентичности растворителя осуществляется сравнением времени выдержки на альтернативной неполяризованной колонке (ZB-1).

Порядок элюирования для растворителей на хроматограмме с использованием неполяризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 1,00 мм (ZB-1) приведен на рисунке 4 и в таблице 58.



Y — отклик; *X* — время, мин

Рисунок 4 — Хроматограмма смеси органических растворителей по методу HS-GC-FID с использованием неполяризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 1,00 мм ZB-1

Таблица 58 — Типовые значения времени удержания для растворителей при использовании неполяризованной колонки (ZB-1)

Номер пика	Растворитель	Время удерживания, мин	Номер пика	Растворитель	Время удерживания, мин
1	Этанол	7,10	14	3-метилбутан-2-оне	12,8
2	Ацетон	7,60	15	Бутан-1-ол	13,0
3	Пропан-2-ол	7,77	15	Пропан-2-ил ацетат (изопропилацетат)	13,0
4	Метилацетат	8,45	16	1-метоксипропан-2-ол	13,7
8	Бутан-2-оне	10,1	17	Циклогексан	14,1
9	1,1-диметоксиэтан	10,4	18	Пентан-3-он	14,6
10	Этил ацетат	10,9	19	Пропилацетат	15,6
11	*н*-гексан	11,1	22	Диметилформамид	18,4
12	2-метилпропан-1-ол	11,5			
Примечание — Разделение бутан-1-ол и 1-метилэтил ацетата на неполяризованной колонке невозможно при анализе в одинаковом растворе.					

Подтверждение времени выдержки и порядка элюирования можно обеспечить раздельной подготовкой и непосредственным анализом 250 мг/см^3 маточного раствора (11.6.5.1).

11.6.8.2 Идентификация растворителей с использованием GC-MS

Выполняют анализ каждого набора калибровочных растворов a и b, приготовленных по 11.6.5.4.5, методом GC-MS с применением условий по 11.6.4.12, затем строят двухточечный калибровочный

график. Порядок элюирования для отдельных растворителей на хроматограмме приведен на рисунке 5 и в таблице 59. Для идентификации нефтяных фракций с диапазоном кипения от 60 °С до 140 °С используют колонку 60 м.

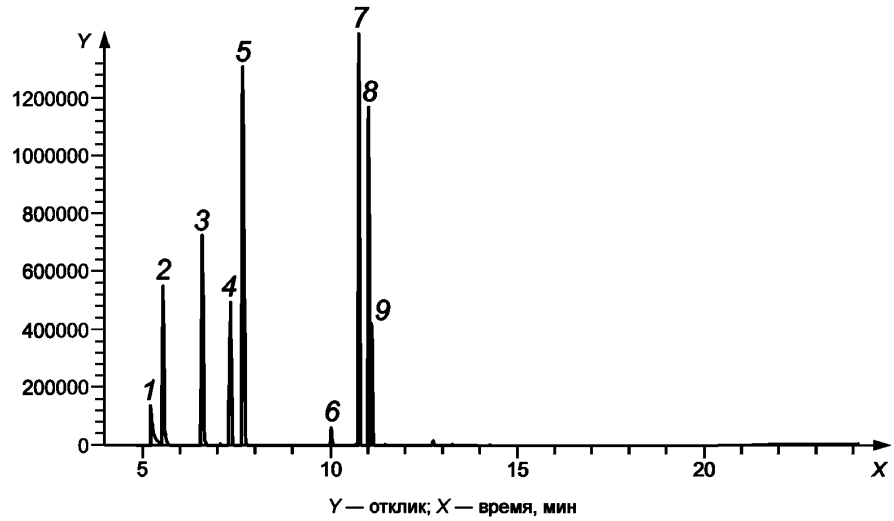


Рисунок 5 — Хроматограмма. Полная ионная хроматограмма смеси органических растворителей по методу GC-MSD

Таблица 59 — Типовые значения времени удержания для растворителей по методу GC-MS

Растворитель		Время выдержки, мин	Отношение массы иона к его заряду, m/z
1	Пропан-1,2-диол	5,29	45
2	Бутилацетат	5,55	43
3	1-метоксипропан-2-ил ацетат	6,61	43
4	2-метилпентан-2,4-диол	7,35	59/43
5	3-метокси-бутилацетат	7,70	43/59
6	Бутилгликолят	10,0	57
7	2-(2-Бутоксиэпокси)этилацетат	10,8	48/87/57
8	Глицерол триацетат	11,0	53
9	ε-капролактам	11,2	113/55/85

Выполняют анализ образца в виале, приготовленного по 11.6.7.3, методом GC-MS с использованием условий, идентичных для калибровочных растворов. Сравнивают хроматограмму образца с эталонными стандартами для обеспечения идентификации растворителей или любых иных соединений.

11.6.8.3 Определение содержания растворителя методом HS-GC-FID

Для каждого растворителя по 11.6.8.1 требуется количественное определение методом HS-GC-FID, выполняют анализ калибровочных растворов, приготовленных по 11.6.5.4.5, с применением условий, указанных в 11.6.4.11. Для каждого идентифицированного растворителя постройте пятиточечную калибровочную кривую отклика по концентрации растворителя (миллиграмм на виалу).

Выполняют анализ образца в виале для парофазного анализа, приготовленного по 11.6.7.2, методом HS-GC-FID с использованием условий, идентичных для калибровочных растворов. По калибровочному графику определяют концентрацию растворителя в виале с образцом (миллиграмм на виалу) и рассчитывают процентное содержание растворителя в образце, используя формулу (26).

11.6.8.4 Определение содержания растворителя с помощью GC-MS

Для каждого растворителя по 11.6.8.2 требуется количественное определение методом GC-MS, выполняют анализ калибровочных растворов, приготовленных по 11.6.5.4.5, с применением условий,

указанных в 11.6.4.12. Для каждого идентифицированного растворителя строят пятиточечный калибровочный график отклика по концентрации растворителя (мг/см^3).

Выполняют анализ разведенного раствора(ов) образца, приготовленного по 11.6.7.4, методом GC-MS с использованием условий, идентичных для калибровочных растворов. По калибровочному графику определяют концентрацию растворителя в разведенном растворе образца (мг/см^3) и рассчитывают процентное содержание растворителя в образце, используя формулу (27).

11.6.8.5 Определение пропан-1,2-диола методом GC-FID

Примечание — Количественное определение пропан-1,2-диола невозможно на неполяризованной колонке с использованием условий GC-MS, указанных в 11.6.4.12, из-за эффектов размывания хроматограммы.

Выполняют анализ калибровочных растворов, приготовленных по 11.6.5.4.7, методом GC-FID с применением условий, указанных в 11.6.4.13, затем строят пятиточечный калибровочный график отклика по концентрации растворителя.

Время удержания пропан-1,2-диола при этих условиях обычно составляет 16,5 мин.

Выполняют анализ разведенного раствора образца, приготовленного по 11.6.7.5, методом GC-FID с использованием условий, идентичных для калибровочных растворов. По калибровочному графику определяют концентрацию пропан-1,2-диола в разведенном растворе образца (мг/см^3) и рассчитывают процентное содержание пропан-1,2-диола в образце, используя формулу (27).

11.6.8.6 Холостой опыт

11.6.8.6.1 Холостой опыт при помощи HS-GS-FID

Для каждого испытания выполняют анализ холостой пробы, приготовленной по 11.6.7.2, методом HS-GC-FID с пропуском образца с применением условий, указанных в 11.6.4.11.

11.6.8.6.2 Холостое определение с помощью GS-MS и GC-FID

Для каждого испытания выполните анализ холостого раствора, приготовленного согласно 11.6.7.3, методом GC-MS с применением условий, указанных в 11.6.4.12 или 11.6.4.13.

11.6.9 Оценка результатов

11.6.9.1 Расчет содержания растворителя по методу HS-GC-FID

Концентрация каждого растворителя (мг/см^3) в растворе образца прямо интерполируется по диаграмме, содержание каждого растворителя (в процентах) в образце рассчитывается следующим образом:

$$M_{sol} = \frac{W_s}{W \times 10}, \quad (26)$$

где M_{sol} — содержание растворителя, %;

W_s — масса растворителя, мг;

W — масса образца, г.

11.6.9.2 Расчет содержания растворителя по методу GC-MS или GC-FID

Концентрация каждого растворителя (мг/см^3) в растворе образца прямо интерполируется по диаграмме, содержание каждого растворителя (в процентах) в образце рассчитывается следующим образом:

$$M_{sol} = \frac{W_s \times f}{W \times 0{,}5}, \quad (27)$$

где M_{sol} — содержание растворителя, %;

W_s — масса растворителя, мг;

W — масса образца, г.

f — коэффициент разбавления.

11.6.10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) тип и обозначение испытуемого продукта и/или материала;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний, зарегистрированные как:

- идентификация растворителя и метод, использовавшийся для идентификации растворителя HS-GC-FID/GC-MS/GC-FID;
- содержание каждого идентифицированного растворителя, %;
- общее содержание растворителя, являющееся суммой содержания отдельных растворителей, %;

d) указание на любые отклонения от процедуры испытания;

e) дату испытания.

11.7 Комбинированный подход к определению пластификаторов в клее на основе растворителей и в красках и лаках на основе растворителей, пленкообразующих реагентов в красках и лаках и модификаторов в красках и лаках на основе растворителей

11.7.1 Принцип

Данный метод описывает процедуру, необходимую для количественной оценки различных пластификаторов, пленкообразующих реагентов и модификаторов в *клеях* на основе растворителей и в красках и лаках на основе растворителей.

Образец экстрагируется диэтиловым эфиром и гравиметрически определяют общий экстракт. Содержание пластификаторов в этом экстракте определяют по 11.3 (определение пластификаторов в *наборах, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи*). Пленкообразующие реагенты определяют газовой хроматографией с использованием масс-селективного детектора. Содержание модификаторов рассчитывают как разницу между общим количеством экстракта и количеством пластификаторов и пленкообразующих реагентов.

Нитроцеллюлоза в красках и лаках на основе растворителей определяется ИК-спектроскопией.

Протокол испытаний приведен в 11.7.7.

11.7.2 Определение общего количества экстракта

11.7.2.1 Стандартные вещества и реагенты

11.7.2.1.1 Стандартные вещества

Отсутствуют.

11.7.2.1.2 Реагенты

Таблица 60 — Реагенты

Химические вещества	Номер CAS
Диэтиловый эфир	60-29-7
Метанол	67-56-1
Калия гидрокарбонат	298-14-6
Песок	

11.7.2.2 Оборудование

11.7.2.2.1 **Центрифуга,** способная работать при ускорении не менее 1900 *g*.

11.7.2.2.2 **Ультразвуковая баня или шейкер.**

11.7.2.2.3 **Роторный испаритель.**

11.7.2.2.4 **Печь,** способная поддерживать температуру (110 ± 2) °С.

11.7.2.2.5 **Аналитические весы** с точностью взвешивания 0,1 мг.

11.7.2.2.6 **Колбы вместимостью 50 см^3 с плоским дном и стеклянной притертой пробкой.**

11.7.2.2.7 **Стеклянная мерная посуда общего назначения.**

11.7.2.2.8 **Сушильный шкаф.**

11.7.2.2.9 **Пробирки для центрифуги** вместимостью 30 см^3 с пробками.

11.7.2.3 Отбор проб

При отборе проб образец для анализа должен быть взят из контейнера.

11.7.2.4 Подготовка образца

Необходимо привести образец краски или лака в однородное состояние, размешав перед экстрагированием стеклянной палочкой или лопаточкой. Анализ *клеев* выполняется без обработки.

11.7.2.5 Процедура

Взвешивают (1,0 ± 0,1) г с точностью до 0,001 г образца для анализа в пробирку для центрифуги, добавляют небольшое количество песка и 10 см^3 диэтилового эфира. Укупоривают пробирку для центрифуги и помещают ее в ультразвуковую баню на 15 мин.

Вместо ультразвуковой бани может использоваться альтернативный метод экстрагирования.

Центрифугуют пробирку в течение 5 мин, затем отливают жидкость во вторую пробирку для центрифуги, содержащую 10 см^3 метанола. Если в течение нескольких минут образуется осадок, отделяют его центрифугированием. Перемещают центрифугат в колбу вместимостью 50 см^3 со стеклянной притертой пробкой, предварительно взвешенную, затем выпаривают до сухого состояния в роторном испарителе. Высушивают колбу в печи при температуре (110 ± 2) °С. После высушивания помещают колбу в сушильный шкаф до охлаждения. Затем взвешивают ее повторно и определяют количество остатка.

Восстанавливают остаток в 50 см^3 диэтилового эфира.

Используют этот раствор для определения пластификаторов и для определения пленкообразующих реагентов.

11.7.2.6 Оценка результатов

Содержание остатка в образце рассчитывают по формуле

$$M_r = \frac{W_r \times 100}{1000 \times W}, \quad (28)$$

где M_r — содержание экстрагированного материала, %;

W_r — масса остатка, мг;

W — масса образца, г.

11.7.3 Идентификация нитроцеллюлозы

11.7.3.1 Принцип

Нитроцеллюлоза в красках и лаках на основе растворителей идентифицируется ИК-спектрометрией.

11.7.3.2 Реагенты

Таблица 61 — Реагенты

Химическое вещество	Номер CAS
Бромид калия для ИК-спектрометрии	7758-02-3

11.7.3.3 Оборудование

11.7.3.3.1 **Печь**, способная поддерживать температуру (105 ± 2) °С.

11.7.3.3.2 **Пресс для приготовления гранул бромида калия.**

11.7.3.3.3 **Инфракрасный спектрометр с преобразованием Фурье (спектрометр FTIR)** с элементом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).

Диапазон измерения — от 4 000 до 400 см$^{-1}$.

Сканы — 32.

Держатель гранул для измерения в режиме передачи.

Элемент НПВО для измерения в режиме отражения.

11.7.3.4 Отбор проб

См. 11.7.2.3.

11.7.3.5 Подготовка образца

Образец краски или лака приводят в однородное состояние, размешав стеклянной палочкой или лопаточкой перед экстрагированием.

11.7.3.6 Процедура

Высушивают *краски, содержащие растворители*, в печи при температуре (105 ± 2) °С. Остаток используют для ИК-анализа.

Уплотняют сухой остаток на окошке оборудования НПВО спектрометра FTIR.

Примечание — Идентификация может быть выполнена в режиме передачи.

11.7.3.7 Оценка результатов

Сравнивают ИК-спектр нитроцеллюлозы, приведенный на рисунке 6, с соответствующей абсорбцией образца.

Нитроцеллюлоза 12 масс. % N

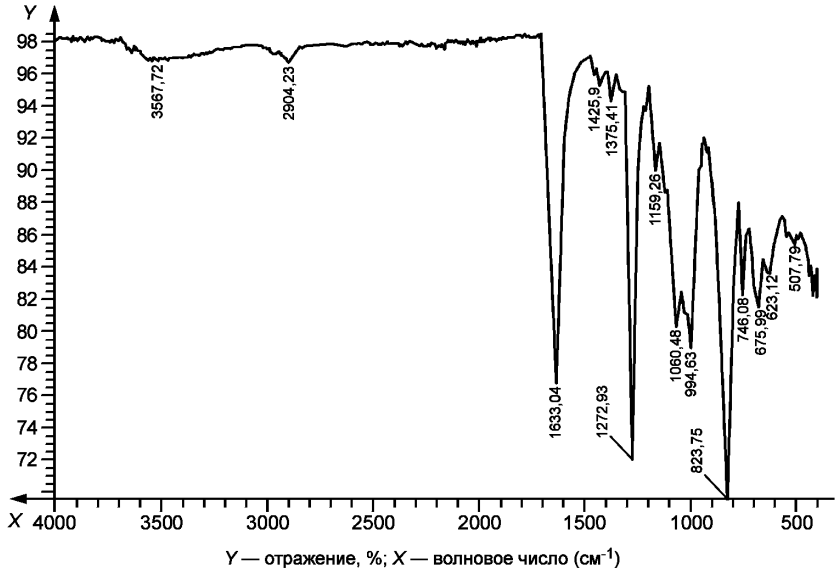


Рисунок 6 — Спектр FTIR нитроцеллюлозы в режиме отражения

11.7.4 Определение пластификаторов

11.7.4.1 Принцип

Определение пластификаторов осуществляется методом GC-MS, приведенным в 11.3.

Примечание — В случае остатка по 11.7.2 < 3 % определение пластификаторов не требуется. В присутствии нитроцеллюлозы определение пластификаторов не требуется, если остаток по 11.7.2 < 5 %.

11.7.4.2 Стандартные вещества и реагенты

См. 11.3.3.

11.7.4.3 Оборудование

См. 11.3.3.

11.7.4.4 Подготовка стандартного раствора

См. 11.3.4.

11.7.4.5 Процедура

В мерную колбу вместимостью 20 см^3 добавляют 5 см^3 раствора остатка экстрагирования по 11.7.2.5 и дополняют до метки гексаном.

Приготавливают (при необходимости) разведенный далее раствор, используя гексан, чтобы конечная концентрация в растворе была в пределах диапазона линейной калибровки для имеющихся пластификаторов.

Перемещают часть этих растворов в пробирку с пробкой для анализа GC-MS.

Определяют содержание пластификаторов по 11.3.7.5 и 11.3.7.6.

11.7.4.6 Оценка результатов

Содержание пластификаторов в образце вычисляется следующим образом:

$$M_p = \frac{c_p \times 20\ (\text{мл}) \times 10}{W \times 10\,000} \times f, \qquad (29)$$

где M_p — содержание пластификаторов в образце, %;

c_p — концентрация содержания пластификаторов в растворе образца, мг/см^3;

W — масса образца, г;

f — коэффициент разбавления.

11.7.5 Определение пленкообразующих реагентов

11.7.5.1 Принцип

Пленкообразующие реагенты определяются по методу GC-MS в экстракте 11.7.2.5.

11.7.5.2 Стандартные вещества и реагенты

11.7.5.2.1 Стандартные вещества

Таблица 62 — Вещества, используемые для идентификации и определения пленкообразующих реагентов

	Химические вещества	Номер CAS
1	Метилтридеканоат	1731-88-0
2	Метилундеканоат	1731-86-8
3	Метиллаурат	111 -82-0
4	Этилкапрат	110-38-3
5	Додецилацетат	112-66-3
6	Этилундек-10-эноат	692-86-4
7	Додекан-1-ол	112-53-8
8	Тридекан-1-ол	112-70-9
9	Тетрадекан-1-ол	112-72-1
10	Гликолевый эфир карбоновых кислот C_{20}—C_{30} (Luwax E [a)])	
[a)] Luwax E является торговым наименованием.		

11.7.5.2.2 Реагенты

Таблица 63 — Реагенты

Химические вещества	Номер CAS
Диэтиловый эфир	60-29-7
Ди-изопропиловый эфир	108-20-3
Диметилсульфат	77-78-1
Метанол	67-56-1
Калия гидрокарбонат	298-14-6
Примечание — Раствор реагента — раствор 0,5 М калия гидрокарбоната в метаноле.	

11.7.5.3 Оборудование

11.7.5.3.1 **Стеклянная мерная посуда общего назначения.**

11.7.5.3.2 **Аналитические весы.**

11.7.5.3.3 Печь, способная поддерживать температуру (65 ± 2) °С.

11.7.5.3.4 Газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектором GC-MS.

11.7.5.3.4.1 Условия газовой хроматографии для химических веществ 1—9 по таблице 62.

Колонка — полиэтиленгликоль (ZB-Wax), 30 м × 0,32 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мм (толщина пленки).

Газ-носитель — гелий.

Температура инжектора — 250 °С.

Тип впрыска — без деления потока.

Объем впрыска — 1 $см^3$.

Температура детектора — 320 °С.

Программа печи:

Уклон	Начальная температура, °С	Время удержания, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время удержания, мин
1	40	5	5	260	11

На рисунке 7 представлены типовые хроматограммы для пленкообразующих реагентов.

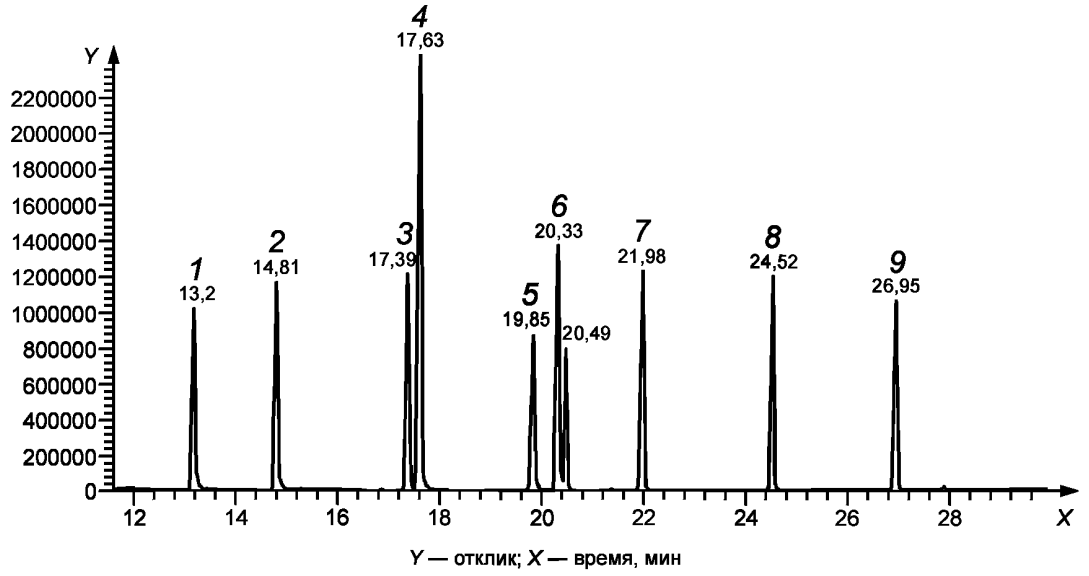


Рисунок 7 — Хроматограмма пленкообразующих химических веществ 1—9

11.7.5.3.4.2 Условия газовой хроматографии для Luwax E

Колонка — полиэтиленгликоль (ZB-Wax), 30 м × 0,32 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мм (толщина пленки).

Газ-носитель — гелий.

Температура инжектора — 250 °С.

Тип впрыска — без деления потока.

Объем впрыска — 1 $см^3$.

Температура детектора — 320 °С.

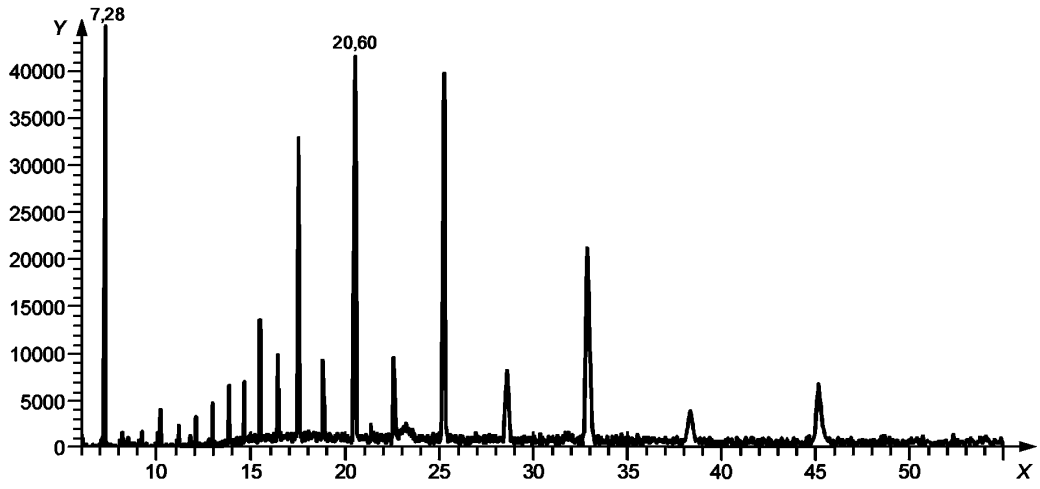
Программа печи:

Уклон	Начальная температура, °С	Время удержания, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Конечное время удержания, мин
1	100	1	10	240	40

Таблица 64 — Массовые числа различных веществ для режима SIM

Аналит	Отношение массы иона к его заряду, *m/z*
Метилтридеканоат	74, 87, 143, 185
Метилундеканоат	55, 74, 87
Метиллаурат	74, 87
Этилкапрат	88, 101, 155
Додецилацетат	83, 97, 98, 111
Этилундек-10-еноат	69, 88, 101, 166
Додекан-1-ол	56, 70, 83, 97
Тридекан-1-ол	83, 85, 97
Тетрадекан-1-ол	83, 97, 125
Luwax E	143

На рисунке 8 представлены типовые хроматограммы для пленкообразующих реагентов.



Y — отклик; *X* — время, мин

Рисунок 8 — Хроматограмма пленкообразующего реагента Luwax E

11.7.5.4 Подготовка стандартных растворов

11.7.5.4.1 Маточные растворы

Приготавливают маточные растворы для всех веществ 1—9 пленкообразующих химических веществ по таблице 62, растворив 200 мг каждого вещества в 100 см^3 диэтилового эфира c = 2000 мг/дм^3.

Приготавливают маточный раствор Luwax E, растворив 50 мг вещества в 10 см^3 раствора 0,5 М калия гидрокарбоната в метаноле c = 5 мг/см^3.

11.7.5.4.2 Калибровочные растворы

11.7.5.4.2.1 Калибровочные растворы для веществ 1—9 по таблице 62

Приготавливают калибровочные растворы химических веществ 1—9, содержащие смесь компонентов из маточных растворов, разведением соответствующим растворителем, используя пипетки, в стеклянных мерных колбах на 100 см^3, доведя объем до отметки диэтиловым эфиром. В таблице 65 указана концентрация каждого аналита в калибровочном растворе.

Таблица 65 — Калибровочные растворы химических веществ 1—9

x см^3 маточного раствора/100 см^3 диэтилового эфира	Концентрация, мг/дм^3
0,25	5
1	20
2,5	50
5	100
10	200

11.7.5.4.2.2 Калибровочные растворы для химических веществ 10 по таблице 62

Готовят калибровочные растворы Luwax E из маточного раствора разведением соответствующим растворителем с помощью пипеток в виалах вместимостью 20 см^3.

Удаляют растворитель потоком азота, затем добавляют 2 г карбоната калия и 0,2 г калия гидрокарбоната.

Растворяют содержание каждой виалы в 4 см^3 воды. После охлаждения до комнатной температуры добавляют 2 см^3 ди-изопропилового эфира и 200 см^3 диметилсульфата. Закрывают виалы крышками и выдерживают в печи или водяной бане в течение 1 ч при температуре 65 °С. Встряхивают виалы каждые 5 мин.

Удаляют фазу эфира маленькой пипеткой и переносят в маленькую виалу для анализа по методу GC-MS. В таблице 66 приведена концентрация Luwax E в калибровочных растворах.

Таблица 66 — Калибровочные растворы Luwax E

x см^3 маточного раствора/2 см^3 ди-изопропилового эфира	Концентрация, мг/дм^3
50	125
100	250
200	500
500	1250
1000	2500

11.7.5.4.3 Стабильность стандартных растворов

Маточные растворы могут храниться в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С в течение 3 мес.

Разведенные стандартные растворы могут храниться в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С в течение недели.

11.7.5.5 Отбор проб

См. 11.7.2.3.

11.7.5.6 Процедура

Разводят 1 см^3 раствора остатка экстрагирования, приготовленный по 11.7.2.5, в мерной колбе на 100 см^3 диэтиловым эфиром.

Выполняют анализ раствора образца по методу GC-MS в режиме полного сканирования (по требованиям 11.7.5.3.4). Выбирают характеристические массовые числа каждого компонента с помощью спектра полного сканирования, чтобы максимально точно выполнить их количественную оценку в режиме SIM (см. таблицу 64).

При выявлении пленкообразующего реагента восстановление осуществляется добавлением стандартного вещества:

Выполняют анализ образца в двух экземплярах. Выполняют анализ непосредственно первого образца для анализа, как описано выше. Выполняют анализ второго образца для анализа с добавлением известного количества аналита (стандартного раствора) согласно 11.7.2.5 и 11.7.5.6.

В целях экономии времени восстановление/добавление стандартного вещества можно выполнять одновременно с идентификацией.

11.7.5.7 Оценка результатов

Количество пленкообразующих реагентов рассчитывают по площадям пиков отдельных компонентов по калибровочным кривым, построенным с использованием калибровочных растворов.

Рассчитывают восстановление, используя концентрацию аналита в двух образцах для анализа.

$$rec = \frac{(c_{fa+std} - c_{fa})}{c_{std}} \times 100, \quad (30)$$

где *rec* — восстановление, %;

c_{fa+std} — концентрация пленкообразующего реагента плюс добавление стандартного вещества, мг/дм^3;

c_{fa} — концентрация пленкообразующего реагента, мг/дм^3;

c_{std} — концентрация добавленного стандартного раствора, мг/дм^3.

Концентрацию пленкообразующих реагентов в образце с поправкой на восстановление вычисляют следующим образом:

$$M_{fa} = \frac{c_{fa} \times 2 \times 100}{1000 \times 1000 \times W} \times \frac{100}{rec}, \quad (31)$$

где M_{fa} — содержание пленкообразующих реагентов, %;

c_{fa} — концентрация пленкообразующих реагентов, мг/дм^3;

W — масса образца, г;

rec — восстановление, %.

11.7.6 Определение модификаторов

Содержание модификаторов рассчитывают по содержанию остатка, содержанию пластификаторов и содержанию пленкообразующих реагентов, рассчитанным по 11.7.2.6, 11.7.4.6 и 11.7.5.7.

Концентрация модификаторов в *клеях* на основе растворителей вычисляется следующим образом:

$$M_{m,sba} = r - M_p, \quad (32)$$

где $M_{m,sba}$ — содержание модификаторов в клеях на основе растворителей, %;

r — содержание остатка, %;

M_p — содержание пластификаторов, %.

Содержание модификаторов в красках и лаках на основе растворителей вычисляют следующим образом:

$$M_{m,sbpl} = M_r - M_{fa} - M_p, \quad (33)$$

где $M_{m,sbpl}$ — содержание модификаторов в *красках и лаках, содержащих растворители*, %;

M_r — содержание остатка, %;

M_{fa} — содержание пленкообразующих реагентов, %;

M_p — содержание пластификаторов, %.

11.7.7 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) тип и обозначение тестируемого продукта и/или материала;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний, зарегистрированные как:

- список идентифицированных веществ;
- общее содержание пластификаторов, пленкообразующих реагентов и модификаторов, %, с округлением до 0,1 %;

d) указание на любые отклонения от процедуры испытания;

e) дату испытания.

Приложение А
(обязательное)

Меры предосторожности для защиты окружающей среды, здоровья и безопасности

При подготовке настоящего стандарта в расчет принималась минимизация экологического воздействия при использовании методов анализа.

Ответственность за использование безопасных и соответствующих способов обращения с материалами в методах анализа, указанных в настоящем стандарте, лежит на химике-лаборанте.

- Обращение за консультациями к изготовителям по конкретным вопросам, например предоставление паспортов безопасности материалов и других рекомендаций.
- Ношение защитных очков и халатов во всех лабораторных помещениях.
- Соблюдение осторожности с веществами, которые являются токсичными и/или канцерогенными для человека.
- Использование вытяжных шкафов при подготовке растворов органических растворителей.
- Растворители должны утилизироваться в соответствии с требованиями по охране окружающей среды.

Приложение B
(справочное)

Органические растворители

Таблица B.1 — Максимальные концентрации разрешенных и ограниченных органических растворителей в различных продуктах и аналитический метод для их определения

Растворитель	Клей на водной основе	Клей на основе растворителя	Краска и лак на водной основе	Краска и лак, содержащие растворители	Разбавитель и очиститель на основе растворителя	Метод(ы)
Ацетон (диметил кетон)		Разрешен				HS-GC-FID
Циклогексан		Разрешен				HS-GC-FID
Пентан-3-оне (диэтил кетон)		Разрешен				HS-GC-FID
Этилацетат		Разрешен				HS-GC-FID
Этанол (этиловый спирт)		Разрешен	10 % [a]	Разрешен	Разрешен	HS-GC-FID
1-метилацетат (изопропилацетат)		Разрешен				HS-GC-FID
Пропан-2-ол		Разрешен	10 % [a]	Разрешен	Разрешен	HS-GC-FID
Метилацетат		Разрешен				HS-GC-FID
Бутан-2-оне		Разрешен		Разрешен	Разрешен	HS-GC-FID
3-метилбутан-2-оне (метилизопропилкетон)		Разрешен				HS-GC-FID
н-бутил ацетат		Разрешен				GC-MS
н-пропил ацетат		Разрешен				HS-GC-FID
1-метоксипропан-2-ол		20 %	10 % [a]	≤ 20 %	< 0,1 %	HS-GC-FID
1,1-диметоксиэтан		Разрешен				HS-GC-FID
Пропан-1,2-диол (пропиленгликоль)			10 % [a]	Разрешен	Разрешен	GC-MS/GC-FID
2-метилпентан-2,4-диол (гексиленгликоль)			10 % [a]	Разрешен	Разрешен	GC-MS
2-метилпропан-1-ол (изобутанол)				≤ 2 %		HS-GC-FID
Бутан-1-ол				≤ 2 %		HS-GC-FID
1-метоксипроп-2-ол ацетат				Разрешен	Разрешен	GC-MS
3-метокси-бутилацетат				Разрешен	Разрешен	GC-MS
н-гексан [b]		< 0,5 %		< 0,5 %	< 0,5 %	HS-GC-FID
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 60 °C до 140 °C)		Разрешен		Разрешен	Разрешен	GC-MS; EN ISO 22854
Нефтяные фракции (диапазон кипения от 135 °C до 210 °C)		Разрешен		Разрешен	Разрешен	GC-MS; EN ISO 22854
Бутилгликолят	≤ 3 %	≤ 3 %				GC-MS
ε-капролактам	≤ 5 %	≤ 5 %				GC-MS
2-(2-бутоксиэпокси)этил ацетат	≤ 3 %	≤ 3 %				GC-MS
Глицеролтриацетат				Разрешен	Разрешен	GC-MS

[a] Общее содержание органических растворителей и пленкообразующих агентов не должно превышать 10 %.
[b] *н*-гексан может появляться лишь в качестве примеси в продуктах нефтяных фракций.

Приложение С
(справочное)

Максимально допустимые концентрации элементов для соединений в керамических материалах и эмалях для стеклования

Таблицу С.1 рекомендуется использовать для определения количества металлического вещества в керамических материалах и эмалях для стеклования в соответствии с таблицей 1. Если концентрация элементов, рассчитанная по 11.2.9.1, превышает максимально допустимые концентрации элемента в соответствующем соединении по таблице С.1, то концентрация допустимого соединения рассчитывается по 11.2.9.2.

Примечание — Отдельные определяемые соединения не находятся в стехиометрическом отношении.

Таблица С.1 — Содержание элементов, допустимое в керамических материалах и эмалях для стеклования

Соединение	Максимально допустимое содержание соединений, %	Интересующий элемент	Коэффициент для расчета содержания элемента в соединении [a]	Максимально допустимая концентрация элемента в соединении, %
SnO_2	10	Sn	0,787 6	7,88
CuO	0,25	Cu	0,798 9	0,20
$CoO.Al_2O_3$	3	Co	0,333 2	1,00
$ZrSiO_4 + V_2O_4$	5	V	0,291 8	1,46
$ZrSiO_4 + Pr_2O_3$	5	Pr	0,549 2	2,75
$ZrSiO_4 + Fe_2O_3$	5	Fe	0,325 6	1,63
Fe_2O_3 [b]	5	Fe	0,699 4	3,50
$ZrSiO_4$ [b]	15	Zr	0,497 6	7,46

[a] Рассчитывается исходя из допущения, что состав смесей или двойного оксида находится в стехиометрическом отношении.

[b] Для элементов, содержащихся более чем в одном соединении (как Fe и Zr), учитывается самое высокое количество.

Приложение D
(справочное)

Валидация методов испытания

Методы, описанные в настоящем стандарте, разработаны и прошли валидацию с использованием протокола сравнительного исследования, основанного на том, который используется Ассоциацией химиков-аналитиков, состоящих на государственной службе (АОАС). Данные валидации, полученные при разработке методов, удовлетворяли пределам приемлемости по воспроизводимости, исходя из статистических экспериментальных значений, полученных Горвицем.

Система сравнительных исследований учитывает ограниченный диапазон образцов, матриц и оборудования, используемых лабораториями. Следствием такого подхода является отсутствие для целей валидации данных обширных лабораторных испытаний.

Приложение E
(справочное)

Обоснование

E.1 Общее примечание

Определение «химическая игрушка» приведено в Директиве 2009/48/ЕС. С учетом данного определения требования безопасности химических игрушек установлены в EN 71-4 и настоящем стандарте.

Настоящий стандарт устанавливает требования и методы испытаний для химических игрушек (наборов), поскольку игра с химическими веществами и смесями предполагает наличие у пользователя креативных и творческих идей, а не прямое следование инструкции по применению.

Широкое разнообразие химических игрушек в настоящем стандарте отражено также в разнообразии требований к природе неорганических и органических веществ и смесей. Одновременно настоящий стандарт устанавливает требования по безопасному обращению с химическими веществами и смесями, предусматривая использование рабочего оборудования и средств защиты при необходимости, используя при практическом применении предупреждающие требования Директивы 2009/48/ЕС. Один из важнейших аспектов о безопасном обращении с химическими веществами и смесями осуществляется посредством предупреждений, приводя на упаковке инструкции по эксплуатации и правила техники безопасности, а также требования по оказанию первой помощи для каждого вида игрушек. Только сочетание этих требований обеспечивает безопасную игру с химическими игрушками под контролем со стороны взрослого.

Общие и детальные требования к таким веществам, как исходные материалы, пластификаторы, консерванты, растворители, побочные продукты реакции определяются посредством испытаний данных веществ и смесей.

E.2 Потребительская упаковка (4.1; 5.2; 6.2; 7.1.2; 7.2.2; 8.2.1.2.2; 8.2.2.6; 8.3.2; 8.4.3; 9.2)

Потребительская упаковка должна быть представлена в пунктах продажи. Из-за особенностей набора несколько химических веществ могут иметь первичную упаковку. Отдельные химические вещества могут быть упакованы раздельно в соответствующую упаковку (например, упаковочный материал, коробки).

E.3 Минимальный возраст, для которого предназначена игрушка (4.1; 5.2; 6.2; 7.1.2; 7.2.3; 8.2.1.2.3; 8.2.1.3.3; 8.2.2.6; 8.3.3; 8.4.3)

Минимальный возраст, для которого предназначена игрушка пользователя, представлен для каждого вида химической игрушки, приведенной в настоящем стандарте. Для указанного минимального возраста, для которого предназначена игрушка, принимались во внимание не только опасности, связанные с природой химической игрушки. Также для безопасного использования химической игрушки (набора) важны интеллектуальные способности и моторная деятельность предполагаемого пользователя. Предполагаемые пользователи должны иметь навыки следовать инструкциям по применению, понимать меры предосторожности, а также должны иметь навыки построить, украсить или собрать игрушку правильно.

E.4 Фталаты (6.1, таблица 2; 8.2.2; 8.4.1)

Помимо данных фталатов, запрещенных в игрушках [8] (приложение XVII, № 51), определенные фталаты специально ограничены [8] (приложение XVII, № 52). Перечень определенных фталатов, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, не разрешен для использования в игрушках.

E.5 Бензол (6.1, таблица 3; 8.2.2.4, таблица 12; 8.4.1, таблица 16)

В игрушках или их частях не должен использоваться бензол более 5 мг/кг в свободном состоянии [8] (приложение XVII, № 5).

Бензол не содержится в наборах, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи. Однако он может образоваться в процессе нагрева, а, следовательно, выбросы бензола могут возникнуть во время нагрева наборов, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ с последующим обжигом в печи. Таким образом, предел бензола, представленный в таблице 2, отражает возникающие выбросы бензола при нагреве в дополнение к пределам, установленным в [8].

E.6 Консерванты (7.2.1; 8.2.1.1; 8.3.1)

В химических игрушках должны использоваться только консерванты, допустимые в продуктах питания, а также в косметике. В целях безопасности следует учитывать человеческие факторы, такие как проглатывание части химической игрушки или длительное воздействие консервантов на кожу. Данные игрушки не предназначены для проглатывания и длительного воздействия на кожу (см. информацию об оказании первой помощи) и, таким образом, поддерживают высокий уровень безопасности для потребителей.

Приложение ZA
(справочное)

Взаимосвязь между европейским стандартом и существенными требованиями директивы ЕС

Европейский стандарт, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, разработан Европейским комитетом по стандартизации (CEN) по поручению Комиссии Европейского сообщества и Европейской ассоциации свободной торговли (EFTA) и реализует существенные требования Директивы 2009/48/ЕС Европейского парламента и Совета от 18 июня 2009 г., касающейся безопасности игрушек.

Европейский стандарт размещен в Официальном журнале Европейского сообщества как взаимосвязанный данной директивой и применен как национальный стандарт не менее чем в одной стране — члене сообщества. Соответствие требованиям европейского стандарта, указанным в таблице ZA.1, обеспечивает в пределах области его применения презумпцию соответствия существенным требованиям данной директивы и соответствующих регламентирующих документов EFTA.

Таблица ZA.1 — Соответствие требований настоящего стандарта существенным требованиям Директивы 2009/48/ЕС

Раздел(ы)/подраздел(ы) EN 71-5	Существенные требования безопасности Директивы 2009/48/ЕС (приложение II)	Примечания
4, 5, 6, 7, 8	II. 2, 3, 4	
9.3	II. 2	
4, 5, 6, 7, 8	III. 1	
4, 5, 6, 7, 8	III. 3 и 11	
4, 5, 6, 7, 8, 9, 10	Параграф 11.2	
4, 5, 6, 7, 8, 9, 10	Параграф V, B.4	

ВНИМАНИЕ! К продукции, на которую распространяется европейский стандарт, могут применяться требования других стандартов и директив ЕС.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных европейских стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN ISO 3696:1995	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1]	EN 71-4:2013	Safety of toys. Part 4: Experimental sets for chemistry and related activities (Безопасность игрушек. Часть 4. Наборы для химических опытов и аналогичных занятий)
[2]	EN ISO 8317:2004	Child-resistant packaging. Requirements and testing procedures for reclosable packages (Упаковка, недоступная для открывания детьми. Требования и методы испытания упаковок многоразового использования)
[3]	EN ISO 11885:1997	Water quality. Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (Качество воды. Определение отобранных элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ISO 11885:1996)
[4]	ISO 2561:2012	Plastics. Determination of residual styrene monomer in polystyrene (PS) and impact-resistant polystyrene (PS-I) by gas chromatography (Пластмассы. Определение остаточного стиролового мономера в полистироле (PS) и ударопрочном полистироле (PS-I) методом газовой хроматографии)
[5]	Регламент № 1272/2008	Regulation (EC) №1272/2008 of the European Parliament and of the Council of 16 December 2008 on classification, labelling and packaging of substances and mixtures, amending and repealing Directives 67/548/EEC and 1999/45/EC, and amending Regulation (EC) № 1907/2006 (Регламент Европейского парламента и Совета от 16 декабря 2008 г. по классификации, маркировке и упаковке веществ и смесей, вносящий изменения и отменяющий Директивы 67/548/ЕЕС и 1999/45/ЕС и вносящий изменения в Регламент (ЕС) № 1907/2006)
[6]	Директива Совета 67/548 ЕЕС от 27 июня 1967 г.	Council Directive 67/548/EEC of 27 June 1967 on the approximation of laws, regulations and administrative provisions relating to the classification, packaging and labelling of dangerous substances (Директива Совета по сближению законодательства, регламентов и административных положений, касающихся классификации, упаковки и маркировки опасных веществ)
[7]	Директива 1999/45/ЕС	Directive 1999/45/EC of the European Parliament and of the Council of 31 May 1999 concerning the approximation of the laws, regulations and administrative provisions of the Member States relating to the classification, packaging and labelling of dangerous preparations (Директива Европейского парламента и Совета от 31 мая 1999 г. относительно сближения законодательств государств-членов, касающихся классификации, упаковки и маркировки опасных препаратов)
[8]	Регламент 1907/2006/ЕС	Regulation (EC) № 1907/2006 of the European Parliament and of the Council of 18 December 2006 concerning the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH), establishing a European Chemicals Agency (Регламент Европейского парламента и Совета от 18 декабря 2006 г., касающийся регистрации, оценки, разрешения и ограничения химических веществ (REACH), учреждающий Европейское агентство по химическим веществам)
[9]	Регламент 1333/2008/ЕС	Regulation (EC) № 1333/2008 of the European Parliament and of the Council of 16 December 2008 on food additives (Регламент Европейского парламента и Совета от 16 декабря 2008 г. по пищевым добавкам)
[10]	Директива 76/768/ЕЕС	Council Directive 76/768/EEC of 27 July 1976 on the approximation of the laws of the Member States relating to cosmetic products (Директива Совета от 27 июля 1976 г., касающаяся косметической продукции)
[11]	Регламент Комиссии 10/2011/EU	Commission Regulation (EU) No 10/2011 of 14 January 2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food (Регламент Комиссии от 14 января 2011 г. по пластмассовым материалам и изделиям, предназначенным для контакта с пищевыми продуктами)

[12] Директива 2009/48/ЕС — Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council of 18 June 2009 on the safety of toys
(Директива Европейского парламента и Совета от 18 июня 2009 г., касающаяся безопасности игрушек)

[13] W. Horwitz, "Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs", Anal. Chem. 1982, Nr. 54, 67A — 76A
(Горвиц, У. Оценка аналитических методов регулирования пищевых продуктов и лекарственных средств // Аналитическая химия. — 1982, № 54. — 67А — 76А)

[14] Identification and Analysis of Plastics by J. Haslam, H.A. Willis & D.C.M Squirrel 1981.
(Хаслам, Дж., Уилли, Х. А. и Сквирелл, Д. С. М. Идентификация и анализ пластмасс. — 1981)

УДК 688.727.95(083.74)(476) МКС 97.200.50 IDT

Ключевые слова: игрушка, игрушка химическая, вещество химическое, максимальное количество, требования безопасности, маркировка, упаковка, методы испытаний

Редактор *Ю.Н. Шнее*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 28.09.2016. Подписано в печать 24.10.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 8,37. Уч.-изд. л. 7,53. Тираж 31 экз. Зак. 2632.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru