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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
EN 71-5—
2018

ИГРУШКИ

Требования безопасности

Часть 5

Игровые наборы, включающие химические вещества и не относящиеся к наборам для проведения химических опытов

(EN 71-5:2015, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 июля 2018 г. № 110-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 декабря 2023 г. № 1744-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 71-5—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2024 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 71-5:2015 «Безопасность игрушек. Игровые комплекты (наборы), включающие химические вещества и вещества, не относящиеся к наборам для проведения химических опытов» («Safety of toys — Part 5: Chemical toys (sets) other than experimental sets», IDT).

В стандарт внесены следующие редакционные изменения:

- наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного европейского стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе межгосударственных стандартов;

- включено справочное приложение ДБ «Сведения о соответствии ссылочных документов, указанных в библиографии, документам, действующим на территории ЕАЭС».

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

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

6 ВЗАМЕН ГОСТ EN 71-5—2014

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



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 изготовления гипсовых слепков	3
5 Наборы, включающие формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ, предназначенные для последующего обжига	3
6 Наборы для художественного литья	5
7 Клеи, краски, лаки, разбавители и очистители (растворители), включенные или рекомендованные для включения в наборы для моделирования	6
8 Маркировка	14
9 Инструкция по применению	14
10 Методы испытаний	16
Приложение А (обязательное) Меры предосторожности для защиты окружающей среды, здоровья и безопасности при аналитических методах измерений	52
Приложение В (справочное) Органические растворители	53
Приложение С (справочное) Валидация методов испытаний	55
Приложение D (справочное) Обоснование	56
Приложение E (справочное) Существенные технические отличия настоящего стандарта от предыдущей редакции	57
Приложение ZA (справочное) Взаимосвязь между европейским стандартом и существенными требованиями Директивы ЕС 2009/48/ЕС	58
Приложение DA (справочное) Сведения о соответствии ссылочных европейских и международных стандартов межгосударственным стандартам	59
Приложение DB (справочное) Сведения о соответствии ссылочных документов, указанных в библиографии настоящего стандарта, документам, действующим на территории ЕАЭС	60
Библиография	62

Введение

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

При использовании игровых наборов, включающих химические вещества, потенциальные риски должны быть минимизированы за счет предоставления соответствующей информации, уделяя особое внимание вероятным опасностям, рискам и другим проблемам.

Номера реестра Химической реферативной службы (CAS) и Европейского классификатора известных химических веществ (EINECS), указанные в таблицах, приводятся для справки.

Некоторые элементы евпорейского стандарта могут являться предметом патентных прав. CEN (и (или) CENELEC) не несет ответственности за определение любых патентных прав подобного рода.

Евпорейский стандарт был подготовлен CEN по поручению Европейской комиссии и Европейской зоны свободной торговли и соответствует принципиальным требованиям применимой директивы (директив) Европейского союза.

Информация о связи с Директивой ЕС 2009/48/ЕС приведена в справочном приложении ZA, которое является неотъемлемой частью настоящего стандарта.

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

EN 71 «Безопасность игрушек» состоит из следующих частей:

- часть 1. Механические и физические свойства;
- часть 2. Воспламеняемость;
- часть 3. Миграция некоторых 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 пальцами. 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. Химические органические соединения. Методы анализа;
- часть 12. N-нитрозамины и вещества, преобразуемые в N-нитроамины;
- часть 13. Настольные игры для развития обоняния, косметические наборы и игры для развития вкусовых ощущений;
- часть 14. Батуты для домашнего использования.

Примечание 1 — В дополнение к вышеуказанным частям EN 71 были опубликованы следующие руководящие документы: CEN Report, CR 14379, Classification of toys — Guidelines (Классификация игрушек. Руководящие указания), CEN Technical Report CEN/TR 15071 (Безопасность игрушек. Перевод предупредительных надписей и инструкции по применению в EN 71) и CEN Technical Report CEN/TR 15371, Safety of toys — Replies to requests for interpretation of EN 71-1, EN 71-2, and EN 71-8 (Безопасность игрушек. Ответы на вопросы по интерпретации EN 71-1, EN 71-2 и EN 71-8).

Примечание 2 — Определения терминов, выделенных курсивом, приведены в разделе 3 «Термины и определения».

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

Поправка к ГОСТ EN 71-5—2018 Игрушки. Требования безопасности. Часть 5. Игровые наборы, включающие химические вещества и не относящиеся к наборам для проведения химических опытов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	— —	Азербайджан Туркмения	AZ TM	Азстандарт Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 7 2024 г.)

ИГРУШКИ

Требования безопасности

Часть 5

Игровые наборы, включающие химические вещества
и не относящиеся к наборам для проведения химических опытовSafety of toys. Part 5.
Chemical toys (sets) other than experimental sets

Дата введения — 2024—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования и методы испытаний веществ и материалов, используемых в *химических игрушках*, кроме *наборов для опытов*. К этим веществам и материалам относятся:

- вещества и смеси, классифицируемые как опасные в соответствии с [5]*;
- вещества и смеси, которые не классифицируются как опасные, но избыточное количество которых может нанести вред здоровью детей, использующих их;
- любое другое химическое вещество(а) и смесь(и), поставляемые с *игровыми наборами*.

Примечание — Определения терминов «вещество» и «смесь» даны в [6]* и [5].

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

Настоящий стандарт распространяется на:

- *наборы для изготовления гипсовых слепков*;
- *химические игрушки на основе пластифицированного ПВХ, предназначенные для последующего обжига*;
- *наборы гранулированного полистирола*;
- *наборы для заливки*;
- *клеи, краски, лаки, разбавители и очистители (растворители)*, поставляемые в наборах для моделирования или рекомендованные для использования в них.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения)]:

* Здесь и далее соответствующий данной библиографической ссылке документ, действующий на территории ЕАЭС, указан в приложении ДБ.

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

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

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

EN ISO 22854 Liquid petroleum products — Determination of hydrocarbon types and oxygenates in automotive-motor gasoline and in ethanol (E85) automotive fuel — Multidimensional gas chromatography method (ISO 22854) (Нефтепродукты жидкие. Определение типов углеводородов и кислородсодержащих соединений в автомобильном бензине и в автомобильном этанольном топливе (E85). Метод многомерной газовой хроматографии).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 химическая игрушка (chemical toy): Игрушка, предназначенная для непосредственного использования химических веществ и смесей детьми определенной возрастной группы под присмотром взрослого [EN 71-4:2013, пункт 3.1].

3.2 набор для опытов (experimental set): *Химическая игрушка*, включающая химические вещества и (или) смеси, поставляемые вместе с оборудованием или без него, при использовании которой в строгом соответствии с инструкцией по применению она носит экспериментально-исследовательский, а не творческий характер [EN 71-4:2013, пункт 3.2].

3.3 набор для изготовления гипсовых слепков (plaster of Paris (gypsum) moulding set): Игрушка, включающая формы для литья, в которые заливают смесь воды и гипса для последующего отвердевания.

Примечание 1 — Гипс состоит в основном из полугидратированного сернокислого кальция ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$).

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

3.4 набор, включающий формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ, предназначенный для последующего обжига (oven-hardening plasticised PVC modelling clay set): Игрушка, предназначенная для изготовления различных фигурок, брошек, бижутерии и т. п. методом обжига в духовом шкафу при температуре от 100 °С до 130 °С.

3.5 набор гранулированного полистирола (polystyrene granules set): Игрушка, предназначенная для изготовления декоративных изделий или моделей методом плавления полимеров при нагревании в духовом шкафу при температуре не более 180 °С.

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

3.7 набор для моделирования (model set): Игрушка, используемая для сборки и покрытия моделей, которая поставляется в наборе с рекомендуемыми клеями, красками, *лаками*, *разбавителями* и *очистителями* или рекомендациями по их выбору.

Примечание — Примерами таких игрушек являются модели автомобилей, самолетов, домов и кораблей.

3.8 клей (adhesive): Композиция веществ, способная соединять (склеивать) материалы за счет сил адгезии.

3.9 краска или лак на водной основе (water-based paint or lacquer): Пигментированный материал на водной основе, при нанесении которого в жидком виде на поверхность после высыхания образуется пленка или покрытие.

3.10 краска или лак на основе растворителей (solvent-based paint or lacquer): Пигментированный жидкий материал на основе растворителей, при нанесении которого на поверхность после высыхания образуется пленка или покрытие.

3.11 политура (varnish): Лак низкой вязкости.

3.12 **разбавители и очистители** (thinners and cleaning agents), **растворители** (solvents): Материалы, обеспечивающие необходимую вязкость красок и лаков, а также применяемые для очистки инструментов и кистей.

4 Наборы для изготовления гипсовых слепков

Примечание — Гипс для слепков обычно не является вредным для здоровья веществом, однако при вдыхании или проглатывании его в порошкообразной форме в легких или в желудке могут образовываться твердые комки.

4.1 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на потребительскую упаковку должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением изучить инструкцию по применению, выполнять ее требования и сохранять ее для последующего обращения».

(*) 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 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При попадании в глаза промыть глаза большим количеством воды. Незамедлительно обратиться к врачу»;

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

4.3 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 9.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не брать вещество в рот»;

- «Не вдыхать пыль или порошок»;

- «Не наносить на тело».

5 Наборы, включающие формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ, предназначенные для последующего обжига

5.1 Химические вещества

В состав таких формующихся масс должны входить пластифицированный ПВХ и пластификаторы, а также могут входить модификаторы, наполнители (например, каолин) и красители. Разрешается использовать только пластификаторы, указанные в таблице 2.

Максимальное содержание пластификаторов в смеси не должно превышать 30 %.

Содержание мономерного винилхлорида не должно превышать 1 мг/кг (см. [9]*).

Таблица 1 — Пластификаторы для наборов, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ, предназначенные для последующего обжига

Химическое вещество	Номер CAS
Полиэфиры адипиновой кислоты	Различные
Фенольные эфиры алкилсульфоновых кислот (C ₁₂ —C ₂₀)	91082-17-6

* Здесь и далее соответствующий данной библиографической ссылке документ, действующий на территории ЕАЭС, указан в приложении ДБ.

Окончание таблицы 1

Химическое вещество	Номер CAS
Ди-изононил циклогексан-1,2-дикарбоксилат (DINCH)	166412-78-8
Трибутил ацетилцитрат	77-90-7
Трис(2-этилгексил)ацетилцитрат	144-15-0

Во время нагревания этих веществ до максимальной допускаемой температуры и продолжительности испытания по 10.2 эмиссия перечисленных токсичных веществ не должна превышать предельные значения, указанные в таблице 2.

Таблица 2 — Предельные значения эмиссии веществ при нагревании наборов, включающих формирующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ, предназначенных для последующего обжига

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

5.2 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на потребительскую упаковку должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением изучить инструкцию по применению, выполнять ее требования и сохранять ее для последующего обращения».

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

5.3 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При непреднамеренном перегреве и вдыхании ядовитых газов вынести пострадавшего на свежий воздух и незамедлительно обратиться к врачу».

5.4 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 9.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не брать вещество в рот»;
- «Не превышать температуру обжига 130 °С во избежание выделения опасных газов»;
- «Не превышать время обжига, составляющее 30 мин»;
- «Обжиг не является частью игрового процесса, и его должен выполнять взрослый»;
- «Для измерения температуры использовать термометр для духовых шкафов, например биметаллический»;
- «Не использовать стеклянный термометр»;
- «Не нагревать вещество в кухонном духовом шкафу одновременно с пищевыми продуктами»;
- «Не использовать микроволновую печь».

6 Наборы для художественного литья

6.1 Наборы гранулированного полистирола

6.1.1 Химические вещества

Наборы должны содержать неокрашенный или окрашенный гранулированный полистирол в соответствии с таблицей 3.

Т а б л и ц а 3 — Полистирол

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

6.1.2 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на потребительскую упаковку должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением изучить инструкцию по применению, выполнять ее требования и сохранять ее для последующего обращения».

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

6.1.3 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При непреднамеренном перегреве и вдыхании ядовитых газов вынести пострадавшего на свежий воздух и незамедлительно обратиться к врачу».

6.1.4 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 9.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не превышать температуру плавления, равную 180 °C»;
- «Нагревание не является частью игрового процесса и должно выполняться взрослыми, ответственными за безопасность детей»;
- «Для измерения температуры использовать термометр для духовых шкафов, например биметаллический»;
- «Не глотать вещество»;
- «Не нагревать вещество в кухонном духовом шкафу одновременно с пищевыми продуктами»;
- «Не использовать стеклянный термометр»;
- «Не превышать рекомендуемое максимальное время обработки»;
- «Не использовать микроволновую печь».

6.2 Наборы для заливки

6.2.1 Общие требования

В наборах должны использоваться консерванты, разрешенные к применению в пищевой (см. [7]^{*}) и (или) косметической продукции, за исключением консервантов, разрешенных для применения только в смываемой косметической продукции (см. [8]^{*}).

Прочие вещества, классифицируемые 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.

6.2.2 Упаковка

На потребительской упаковке должны быть указаны применяемые консерванты.

* Здесь и далее соответствующий данной библиографической ссылке документ, действующий на территории ЕАЭС, указан в приложении ДБ.

6.2.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на потребительскую упаковку должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением изучить инструкцию по применению, выполнять ее требования и сохранять ее для последующего обращения».

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

6.2.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При проглатывании прополоскать рот водой, выпить свежей воды. Не вызывать рвоту. Немедленно обратиться к врачу».

6.2.5 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 9.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Не брать заготовленное вещество в рот».

7 Клеи, краски, лаки, разбавители и очистители (растворители), включенные или рекомендованные для включения в наборы для моделирования

7.1 Общие требования

Клеи, краски, лаки, политуры, разбавители и очистители (растворители), включенные в наборы для моделирования, должны соответствовать требованиям настоящего раздела. В инструкции по применению к набору для моделирования должны быть указаны только *клеи, краски, лаки, политуры, разбавители и очистители (растворители)*, соответствующие требованиям настоящего раздела.

7.2 Клеи

7.2.1 Клеи на водной основе

7.2.1.1 Общие требования

Клеи на водной основе должны состоять из воды и основных веществ. Должны использоваться только основные вещества, указанные в таблице 5. *Клеи* на водной основе дополнительно могут содержать специальные вещества, указанные в таблице 5 или 7, консерванты, наполнители и модификаторы.

Должны использоваться консерванты, разрешенные для применения в пищевой (см. [7]) и (или) косметической продукции, за исключением консервантов, разрешенных для применения только в смываемой косметической продукции (см. [8]).

Т а б л и ц а 4 — Основные вещества, входящие в состав клеев на водной основе, красок на водной основе и лаков

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые гомо- и сополимеры	—	—
Гидрофильный полиуретан, не содержащий свободных групп изоцианата и ароматических аминированных соединений	—	—
Полимерные и сополимерные соединения мономеров, разрешенные к использованию в составе материалов, контактирующих с пищевой продукцией	—	—
Поливиниловые гомо- и сополимеры	—	—
Поли(виниловый) спирт	9002-89-5	209-183-3
Поливинилпирролидоновые гомо- и сополимеры	—	—

Основные материалы должны быть разрешены для контакта с пищевой продукцией (см. [9]). В качестве растворителя необходимо использовать воду третьей степени чистоты по EN ISO 3696. Продолжительность контакта должно составлять 60 мин при температуре 40 °С.

7.2.1.2 Жидкие клеи для бумаги и дерева

7.2.1.2.1 Общие требования

Специальные вещества, которые могут входить в состав *клеев* для бумаги и дерева, приведены в таблице 5.

Т а б л и ц а 5 — Специальные вещества, входящие в состав клея для бумаги и дерева, красок и лаков на водной основе

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Эфиры 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, которые могут входить в состав *клеев* для склеивания бумаги и дерева, приведены в таблице 6.

Т а б л и ц а 6 — Специальные добавки для жидких клеев, предназначенных для склеивания бумаги и дерева

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Бутилгликолят (бутилгидроксиацетат) ^{a)}	7397-62-8	230-991-7
Капролактамы ^{b)}	105-60-2	203-313-2
Глицерин	56-81-5	200-289-5
Полиакриламид	9003-05-8	—
Поли(акриловая) кислота	9003-01-4	—
Полиэтиленгликоль	25322-68-3	—
Поли(метакриловая) кислота	25087-27-7	—
Полипропиленгликоль	25322-69-4	—
Натриевые соли жирных кислот (C ₁₄ и более)	—	—
Сорбит	50-70-4	200-061-5
2-(2-бутоксипрокси)этилацетат ^{c)}	124-17-4	204-685-9
Ксилит	87-99-0	201-788-0
<p>a) Максимальное содержание бутилгликолята не должно превышать 3 %.</p> <p>b) Максимальное содержание капролактама не должно превышать 5 %.</p> <p>c) Максимальное содержание 2-(2-бутоксипрокси)этилацетата не должно превышать 3 %.</p>		

Полимеры, указанные в таблице 7, должны быть разрешены для контакта с пищевой продукцией (см. [9]). В качестве растворителя должна использоваться вода третьей степени чистоты по EN ISO 3696. Продолжительность контакта должна составлять 60 мин при температуре 40 °С.

7.2.1.2.2 Упаковка

Содержание клея на водной основе в первичной упаковке не должно превышать 100 мл. На первичной упаковке с клеем должны быть указаны применяемые консерванты.

7.2.1.2.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на первичную упаковку с клеем должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых».

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

7.2.1.2.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При попадании на кожу промыть пораженный участок большим количеством воды»;
- «При попадании в глаза промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми.

Незамедлительно обратиться к врачу».

7.2.1.3 Клеи-карандаши и клеящие пасты для бумаги

7.2.1.3.1 Общие требования

Специальные вещества, которые могут входить в состав клеев-карандашей и клеящих паст, предназначенных для склеивания бумаги, приведены в таблицах 5—7.

Т а б л и ц а 7 — Специальные вещества в составе клеев-карандашей и клеящих паст, предназначенных для склеивания бумаги

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые гомо- и сополимеры	—	—
Гидрофильный полиуретан, не содержащий свободных групп изоцианата и ароматических аминированных соединений	—	—
Полимерные и сополимерные соединения мономеров, разрешенные к использованию в составе материалов, контактирующих с пищевой продукцией	—	—
Поливиниловые гомо- и сополимеры	—	—
Поли(виниловый) спирт	9002-89-5	209-183-3
Поливинилпирролидоновые гомо- и сополимеры	—	—
Декстрин	9004-53-9	232-675-4
Крахмал или модифицированный крахмал	9005-25-8	232-679-6

Специальные вещества должны быть разрешены для контакта с пищевой продукцией (см. [9]). В качестве растворителя должна использоваться вода третьей степени чистоты по EN ISO 3696. Продолжительность контакта должна составлять 60 мин при температуре 40 °С.

7.2.1.3.2 Упаковка

Масса клей-карандаша в упаковке не должна превышать 50 г.

7.2.1.3.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на первичную упаковку, если таковая предусмотрена, или на корпус *клей-карандаша* должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых»;

- (*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное изготовителем лицо или импортер. Возраст должен составлять не менее трех лет.

7.2.1.3.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При попадании на кожу промыть пораженный участок большим количеством воды»;
- «При попадании в глаза промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Незамедлительно обратиться к врачу».

7.2.2 Клеи на основе растворителей

7.2.2.1 Общие требования

В состав *клеев* на основе растворителей входят основные вещества, указанные в таблицах 4, 5 и 7, и вещества, указанные в 7.2.2. Кроме того, в них входят вещества, приведенные в таблицах 6 и 11, с указанием их максимального содержания, также могут входить наполнители, модификаторы и пластификаторы. Пластификаторы должны быть разрешены для контакта с пищевой продукцией (см. [9]) или соответствовать таблице 12.

Максимальное содержание пластификаторов в таких *клеях* не должно превышать 8 %. Содержание модификаторов не должно превышать 3 %.

Для *клеев* на основе растворителей с фракциями нефти содержание *n*-гексана не должно превышать 0,5 %.

Готовая смесь с содержанием фракций нефти не должна классифицироваться как H372.

Примечание — Классификация приведена в [5].

7.2.2.2 Универсальные клеи

Основные вещества, входящие в состав универсальных *клеев*, приведены в таблице 8.

Т а б л и ц а 8 — Основные вещества в составе универсальных клеев

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые гомо- и сополимеры	—	—
Нитрат целлюлозы	9004-70-0	—
Поливиниловые гомо- и сополимеры	—	—
Винилацетатные гомо- и сополимеры	—	—

7.2.2.3 Контактные клеи

Основные вещества, входящие в состав контактных *клеев*, приведены в таблице 9.

Т а б л и ц а 9 — Основные компоненты в составе контактных клеев

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Полимерные и сополимерные соединения мономеров, разрешенные к использованию в составе веществ, контактирующих с пищевой продукцией	—	—
Поли(хлорбутадиен)	9010-98-4	—
Полиуретан	73561-64-5	—

7.2.2.4 Специальные клеи

Основные вещества, входящие в состав специальных *клеев*, приведены в таблице 10.

Т а б л и ц а 10 — Основные вещества в составе специальных клеев

Химическое вещество	Номер CAS	Номер EINECS
Акриловые гомо- и сополимеры	—	—
Полимерные и сополимерные соединения мономеров, разрешенные к использованию в составе веществ, контактирующих с пищевой продукцией	—	—
Полистирол	9003-53-6	—
Винилхлоридные сополимеры	—	—

Основные вещества должны быть разрешены для контакта с пищевой продукцией (см. [9]). В качестве подвижной фазы — растворителя должна использоваться вода третьей степени чистоты по EN ISO 3696. Продолжительность контакта должно составлять 60 мин при температуре 40 °С.

Таблица 11 — Растворители в клеях на основе растворителей

Химическое вещество/смесь	Номер CAS	Номер EINECS
Ацетон (диметилкетон)	67-64-1	200-662-2
Циклогексан ^{a)}	110-82-7	203-806-2
Пентан-3-он(диэтилкетон)	96-22-0	202-490-3
Этилацетат	141-78-6	205-500-4
Этанол (этиловый спирт)	64-17-5	200-578-6
Изопропилацетат	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-он(метилэтилкетон)	78-93-3	201-159-0
3-Метилбутан-2-он(метилизопропилкетон)	563-80-4	209-264-3
<i>n</i> -Бутилацетат	123-86-4	204-658-1
<i>n</i> -Пропилацетат	109-60-4	203-686-1
1-Метоксипропан-2-ол ^{b)}	107-98-2	203-539-1
1,1-Диметоксиэтан	534-15-6	208-589-8
Фракция нефти от 35 °С до 160 °С ^{c)}	64742-89-8	265-192-2
Углеводороды, C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные	93763-35-0	297-854-1
<p>a) Максимальное содержание циклогексана не должно превышать 3 %.</p> <p>b) Максимальное содержание 1-метоксипропан-2-ола не должно превышать 20 %.</p> <p>c) Максимальное содержание бензола не должно превышать 0,1 %.</p>		

Если вещество содержит фракцию нефти от 35 °С до 160 °С, то его вязкость должна превышать 20,5 мм²/с при испытаниях по EN ISO 3104 или EN ISO 3219.

Таблица 12 — Пластификаторы в клеях, красках, лаках, разбавителях и очистителях на основе растворителей

Пластификатор	Номер CAS
Трибутил ацетилцитрат	77-90-7
Три(2-этилгексил)ацетилцитрат	144-15-0
Фенольные эфиры алкилсульфоновых кислот (от C ₁₂ до C ₂₀)	91082-17-6
Полиэфиры адипиновой кислоты	Различные
Ди-изононил циклогексан-1,2-дикарбоксилата (DICH)	166412-78-8

В качестве модификаторов для клеев не должны использоваться 2,2-бис-(4-гидроксифенил) пропан диглицидиловый эфир (BADGE), бис(гидроксифенил)метан диглицидиловый эфир (BFDGE) и глицидиловые эфиры новолачных смол (NOGE).

Примечание — Условные обозначения:

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

7.2.2.5 Упаковка

Масса клея, содержащегося в первичной упаковке, не должна превышать 15 г.

7.2.2.6 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на первичную упаковку должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением изучить инструкцию по применению, выполнять ее требования и сохранять ее для последующего обращения».

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

На первичную упаковку должна быть нанесена маркировка в соответствии с 8.3.

7.2.2.7 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При попадании на кожу промыть пораженный участок большим количеством воды»;
- «При попадании в глаза промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Незамедлительно обратиться к врачу»;
- «При вдыхании вывести пострадавшего на свежий воздух».

7.2.2.8 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 9.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

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

7.3 Краски и лаки на водной основе

7.3.1 Общие требования

Краски и лаки на водной основе должны состоять из основных веществ и воды. Должны использоваться только основные вещества, указанные в таблице 4. Кроме того, краски и лаки на водной основе могут содержать специальные вещества, указанные в таблице 5, органические растворители и пленкообразующие вещества, указанные в таблице 13 или таблице 6, а также красители, консерванты, наполнители и модификаторы.

Содержание органических растворителей и пленкообразующих веществ не должно превышать 6 %. Должны использоваться только консерванты, разрешенные к применению в пищевой (см. [7]) и (или) косметической продукции, за исключением консервантов, разрешенных для применения только в смываемой косметической продукции (см. [8]).

Т а б л и ц а 13 — Органические растворители и пленкообразующие вещества

Химическое вещество/смесь	Номер CAS	Номер EINECS
Ди(2-метилпропил) эфир дикарбоновых кислот жирного ряда (от C ₂₀ до C ₃₃) ^{a)}	—	—
Этанол (этиловый спирт)	64-17-5	200-578-6
Смесь эфиров жирных кислот и спиртов (от C ₁₂ до C ₁₄) ^{a)}	—	—
1-Метоксипропан-2-ол	107-98-2	203-539-1
Пропан-1,2-диол (пропиленгликоль)	57-55-6	200-338-0
2-Метилпентан-2,4-диол (гексиленгликоль)	107-41-5	203-489-0
Пропан-2-ол (изопропиловый спирт)	67-63-0	200-661-7
^{a)} Не более 2 % в качестве пленкообразующих агентов.		

7.3.2 Упаковка

Объем краски или лака на водной основе в первичной упаковке не должен превышать 100 мл. На первичной упаковке должны быть указаны применяемые консерванты.

7.3.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на первичную упаковку должны быть нанесены следующие предупредительные надписи:

- «Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением изучить инструкцию по применению, выполнять ее требования и сохранять ее для последующего обращения».

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

7.3.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При попадании на кожу промыть пораженный участок большим количеством воды»;
- «При попадании в глаза промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Немедленно обратиться к врачу»;
- «При вдыхании вывести пострадавшего на свежий воздух».

7.3.5 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 9.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Избегать попадания вещества в глаза»;
- «Не брать вещество в рот»;
- «Не вдыхать пары».

7.4 Краски, лаки, разбавители и очистители на основе растворителей

7.4.1 Общие требования

Краски и лаки на основе растворителей должны состоять из растворителей и основных веществ. Должны использоваться только основные вещества, указанные в таблице 14, и растворители, указанные в таблицах 13 и 15. Краски и лаки должны содержать не более 2 % 2-метилпропан-1-ола или *n*-бутанола и не более 20 % 1-метоксипропан-2-ола. Краски и лаки на основе растворителей также могут содержать красители, наполнители и модификаторы. Содержание модификаторов не должно превышать 3 %.

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

Пластификаторы должны быть разрешены для контакта с пищевой продукцией (см. [9]) или соответствовать указанному в таблице 12.

Разбавители и очистители должны содержать только вещества и смеси, указанные в таблицах 14 и 15, за исключением пленкообразующих веществ. В *разбавителях и очистителях* не должны использоваться 2-метилпропан-1-ол, *n*-бутанол и 1-метоксипропан-2-ол.

Для красок, лаков, *разбавителей и очистителей* на основе растворителей с фракциями нефти содержание *n*-гексана не должно превышать 0,5 %. В этих растворителях *n*-гексан может присутствовать только в виде загрязнения в составе нефтяных фракций.

Готовая смесь с содержанием фракций нефти не должна классифицироваться как H372.

Примечание — Классификация приведена в [5].

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

Таблица 14 — Основные вещества

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

Таблица 15 — Растворители

Химическое вещество/смесь	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-он (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 (<i>n</i> -бутанол)	71-36-3	200-751-6
3-метоксибутил ацетат	4435-53-4	224-644-9
Фракция нефти от 35 °С до 160 °С	64742-89-8	265-192-2
Углеводороды, C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные	93763-35-0	297-854-1

Если вещество содержит фракцию нефти от 35°С до 160°С, то вязкость вещества должна превышать 20,5 мм²/с при испытаниях по EN ISO 3104 или EN ISO 3219.

7.4.2 Упаковка

Содержание материалов в первичной упаковке не должно превышать:

- 15 мл жидкостей, температура вспышки которых более 23 °С, а начальная точка кипения менее 35 °С;
- 50 мл жидкостей, температура вспышки которых менее или равна 23 °С.

Примечание — Информация об упаковке и маркировке, в том числе об укуповоривании с защитой от вскрытия детьми, приведена в [5] и [2]*.

7.4.3 Маркировка

Дополнительно к маркировке, предусмотренной в разделе 9, на первичную упаковку должна быть нанесена следующая предупредительная надпись:

«Осторожно! Только для детей старше (*) лет. Использовать под непосредственным наблюдением взрослых. Перед применением изучить инструкцию по применению, выполнять ее требования и сохранять ее для последующего обращения».

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

7.4.4 Информация по оказанию первой медицинской помощи

Кроме общей информации по оказанию первой медицинской помощи, изложенной в 9.2, перечисление d), в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «При попадании на кожу промыть пораженный участок большим количеством воды»;
- «При попадании в глаза промыть глаза большим количеством воды, держа глаза открытыми. Незамедлительно обратиться к врачу»;
- «При проглатывании прополоскать рот водой, выпить свежей воды. Не вызывать рвоту. Незамедлительно обратиться к врачу»;
- «При вдыхании вывести пострадавшего на свежий воздух».

7.4.5 Требования безопасности

Дополнительно к требованиям безопасности, указанным в 9.4, в инструкции по применению должны быть приведены следующие указания:

- «Беречь от огня»;
- «Избегать попадания вещества на кожу, в глаза и рот»;
- «Не брать вещество в рот»;
- «Не вдыхать пары».

* Здесь и далее соответствующий данной библиографической ссылке документ, действующий на территории ЕАЭС, указан в приложении ДБ.

8 Маркировка

8.1 Общие требования

Маркировка должна быть хорошо видимой, легко читаемой, нестираемой и выполненной на государственном языке(ах) государства, на территории которого реализуется продукция.

Если размеры упаковки не позволяют разместить на ней всю необходимую информацию, то к упаковке должен прилагаться листок с инструкцией по применению.

8.2 Маркировка на потребительской упаковке

8.2.1 Общие требования

На потребительской упаковке должны быть указаны все опасные вещества или опасные смеси (см. [5]), которые могут быть рекомендованы для применения, но не включенные в игровой набор.

Примечание — Такими опасными веществами или опасными смесями, рекомендованными к использованию, но не включенными в игровой набор, могут быть, например, клеи, краски или лаки.

8.2.2 Сведения об изготовителе

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

Примечание — Если изготовитель (субъект, который обозначил себя в качестве изготовителя, указав свое наименование и адрес на игровом наборе) находится за пределами государства, принявшего настоящий стандарт, а его продукция размещается на рынке ЕАЭС, на игровой набор должны быть нанесены два адреса: изготовителя и импортера.

На *химических игрушках* должны указываться тип, партия, серийный номер или номер модели либо другие данные, обеспечивающие их идентификацию.

8.2.3 Предупредительные надписи

На потребительскую упаковку должны быть нанесены предупредительные надписи, приведенные в разделах 4—7. Заглавная буква слова «Осторожно!» (пункт «Маркировка» в разделах 4—7) на потребительской упаковке должна быть высотой не менее 7 мм.

8.3 Маркировка первичной упаковки

На первичную упаковку должна быть нанесена следующая информация:

а) название химического вещества или смеси, как это указано в соответствующих пунктах и таблицах, если эти вещество/смесь классифицируются как опасное (см. [5]);

б) при необходимости также соответствующая пиктограмма(ы) и типовые предупредительные надписи, касающиеся опасности/безопасности (H- и P-фразы) (см. [5]).

9 Инструкция по применению

9.1 Общие требования

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

Маркировка потребительской упаковки в соответствии с 8.2.3 должна дублироваться на обложке инструкции по применению.

9.2 Содержание инструкции по применению

Перечень входящих в набор веществ должен включать в себя следующую информацию:

а) название поставляемого химического вещества (веществ) при необходимости;

б) типовые предупредительные надписи, касающиеся опасности/безопасности, предусмотренные [5], в зависимости от применяемого конкретного вещества и смеси, если требуется.

Примечание 1 — Предупредительные надписи, касающиеся опасности/безопасности (H- и P-фразы), являются обязательными для всех опасных веществ и опасных смесей, поставляемых в этих наборах, даже если национальным законодательством государства допускается отступление от правил маркировки (например, для малого количества определенных опасных веществ);

с) если вещества или смеси классифицируются как опасные в соответствии с [5], в зависимости от конкретных обстоятельств и при наличии такой возможности, в инструкции по применению может быть предусмотрено свободное место для указания номера телефона местного центра по оказанию медицинской помощи при отравлении (центрального информационного бюро скорой помощи) или больницы, куда следует обращаться при случайном отравлении опасными веществами;

д) общую информацию по оказанию первой медицинской помощи, а именно:

1) «В сомнительных случаях незамедлительно обратиться к врачу. Взять с собой химическое вещество и (или) изделие вместе с упаковкой»;

2) «При получении травмы обязательно обратиться к врачу».

Примечание 2 — Информация по оказанию первой медицинской помощи может быть также включена в инструкцию по применению, описывающую порядок выполнения работ;

е) специальную информацию по оказанию первой медицинской помощи, упомянутую в разделах 4—8, если это необходимо.

9.3 Рекомендации лицам, присматривающим за детьми

Рекомендации лицам, присматривающим за детьми, должны содержать следующую информацию:

а) предупреждения: «Настоящая химическая игрушка предназначена для детей старше (*) лет», «Использовать под непосредственным наблюдением взрослых» «Хранить игрушку в месте, недоступном для детей до (*) лет»;

б) ознакомиться с инструкцией по применению, правилами безопасности и информацией об оказании первой медицинской помощи, выполнять их требования и сохранять их для последующего обращения;

с) неправильное применение химических веществ может привести к травмированию и причинить вред здоровью. Выполнять действия в строгом соответствии с инструкцией по применению;

д) поскольку дети обладают неодинаковыми способностями даже в пределах одной и той же возрастной группы, взрослым надлежит определить, какие виды деятельности являются для них допустимыми и безопасными. Инструкция по применению должна позволять взрослым, присматривающим за детьми, оценить, сможет ли конкретный ребенок выполнить каждое действие;

е) прежде чем приступить к занятиям взрослому, присматривающему за ребенком (или несколькими детьми), необходимо обсудить с ним (или с ними) предупреждения и указания, предусмотренные для безопасной работы, а также возможные опасности. Особое внимание должно быть уделено правилам техники безопасности при обращении со щелочами, кислотами и воспламеняющимися жидкостями;

ф) помещение для выполнения работ должно быть просторным и не должно соседствовать с помещением для хранения пищевой продукции. Оно должно быть хорошо освещенным и проветриваемым; в нем или рядом с ним должен быть обеспечен доступ к водопроводу. Следует использовать прочный стол с теплостойкой столешницей;

г) после окончания занятий необходимо сразу произвести уборку помещения.

(*) Возраст должен указать изготовитель, уполномоченное им лицо или импортер. Возраст должен быть не ниже значений, указанных в разделах 4—7.

9.4 Требования безопасности

Должны быть установлены следующие требования безопасности:

- «Не допускать в игровую зону детей, не достигших установленного инструкцией по применению возраста, а также животных»;

- «Хранить игровой набор, включающий химические вещества, в местах, недоступных для детей младшего возраста»;

- «Мыть руки после окончания занятий»;

- «Протирать все детали оборудования после его использования»;

- «Использовать только то оборудование, которое поставляется в наборе или рекомендовано в инструкции по применению»;

- «Не принимать пищу, не пить и не курить в помещении, в котором проводят занятия»; а при необходимости также должны соблюдаться специальные требования безопасности, приведенные в разделах 4—7.

9.5 Инструкции по выполнению различных видов работ

Следует предоставлять подробную информацию о методике выполнения каждого вида работ. В соответствующих случаях оценку конкретных видов таких работ выполняет изготовитель.

Следует сообщать подробную информацию обо всех известных опасностях, связанных с использованием игрового набора.

9.6 Переполнение сосудов и утилизация химических веществ

В обоснованных случаях следует предоставлять информацию о мерах, принимаемых при переполнении сосудов, а также об утилизации использованных химических веществ.

Инструкция по утилизации должна быть составлена с учетом действующего законодательства по утилизации конкретного вида химических веществ.

10 Методы испытаний

10.1 Общие требования

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

Точность мерной стеклянной посуды должна соответствовать классу А.

Испытания *химических игрушек* и относящихся к ним материалов на наличие определенных химических соединений должны проводиться в соответствии с методами испытаний, описанными в настоящем стандарте. Применение альтернативных методов испытаний или внесение изменений в данные методы допускается только в том случае, если они позволяют достичь точности и воспроизводимости на уровне методов, приведенных в настоящем стандарте, обеспечивают соответствующую чувствительность и прошли валидацию, подтвердившую, что получаемые с их помощью результаты эквивалентны результатам, получаемым стандартными методами.

10.2 Определение пластификаторов в наборах, включающих формующиеся массы на основе пластифицированного поливинилхлорида (ПВХ), предназначенные для последующего обжига

10.2.1 Сущность метода

Содержание пластификаторов определяют методом количественного экстрагирования пластификатора из известной массы материала ПВХ с использованием экстрактора Сокслета. Для экстрагирования эфиров лимонной кислоты и эфиров алкилсульфоновой кислоты используют гексан. Для экстрагирования полиэфиров адипиновой кислоты используют метанол. Приблизительное содержание пластификаторов можно определить выпариванием растворителя и взвешиванием остатка растворителя с определением пластификатора методом ИК-спектроскопии ослабленного полного внутреннего отражения с Фурье-преобразованием (ИК-НПВО-ФП).

Определение содержания пластификатора(ов) осуществляют методом газовой хроматографии и масс-спектрометрии (ГХ-МС) для фенилэфиров алкилсульфоновой кислоты и эфиров лимонной кислоты. Количественную оценку эфиров адипиновой кислоты осуществляют гравиметрическим методом.

Данный метод также частично используют для определения пластификаторов в *клеях* на основе растворителей и *красках и лаках* на основе *растворителей* (см. 10.6.4).

10.2.2 Стандартные вещества и реактивы

10.2.2.1 Стандартные вещества

Примечание — Указанные вещества (за исключением цитратов) являются примерами к таблице 12.

Таблица 16 — Полиэфиры адипиновой кислоты

Химическое вещество	Торговое название	Номер CAS
Гександиовая кислота, полимер с пропан-1,2-дионом, ацетатом	Palamoll ^(a) 632 и 636	55799-38-7
Гександиовая кислота, полимер с бутан-1,3-дионом и бутан-1,4-дионом, ацетатом	Palamoll ^(a) 646	150923-12-9

Окончание таблицы 16

Химическое вещество	Торговое название	Номер CAS
Гександиовая кислота, полимер с 2,2-диметил-пропан-1,3-дионом и пропан-1,2-дионом, изонониловым эфиром	Palamoll ^{a)} 652	208945-13-5
Гександиовая кислота, полимер с бутан-1,4-дионом и 2,2-диметил-пропан-1,3-дионом, изонониловым эфиром	Palamoll ^{a)} 654 и 656	208945-12-4
Гександиовая кислота, полимер с 2,2-диметил-пропан-1,3-дионом и 3-гидрокси-2,2-диметилпропановой кислотой, изонониловым эфиром	Palamoll ^{a)} 858	208945-11-3
Наименование согласно перечню химических веществ отсутствует	Paraplex ^{b)} G-40	39363-92-3
а) Полимерный пластификатор, производные адипиновой кислоты и многоатомных спиртов.		
б) Полиэфирный адипат.		
Примечание — Торговые названия полиэфиров адипиновой кислоты приведены как примеры пластификаторов указанных типов.		

Таблица 17 — Эфиры лимонной кислоты

Химическое вещество	Номер CAS
Трибутил ацетилцитрат	77-90-7
Трис(2-этилгексил)ацетилцитрат	144-15-0

Таблица 18 — Эфиры алкилсульфоновых кислот

Химическое вещество	Номер CAS
Фениловый эфир алкилсульфоновой кислоты	91082-17-6

10.2.2.2 Реактивы

Таблица 19 — Растворители

Химическое вещество	Номер CAS
Гексан, ч. д. а.	110-54-3
Метанол, ч. д. а.	67-56-1

10.2.3 Оборудование

10.2.3.1 Аналитические весы с дискретностью взвешивания 0,1 мг.

10.2.3.2 Искрозащищенный колбагреватель/водяная баня.

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

10.2.3.4 Сушильный шкаф.

10.2.3.5 Колба с плоским дном и стеклянной пробкой вместимостью 150 или 250 мл.

10.2.3.6 Стеклянный экстрактор Сокслета с сифоном.

10.2.3.7 Целлюлозная гильза для экстрактора Сокслета.

10.2.3.8 Стеклянный конденсатор с водяным охлаждением.

10.2.3.9 Хлопковая вата.

10.2.3.10 Стеклянная мерная колба.

10.2.3.11 Стеклянная мерная посуда общего назначения.

10.2.3.12 Скальпель из нержавеющей стали.

10.2.3.13 ИК-спектрометр ослабленного полного внутреннего отражения с преобразователем Фурье (ИК-НПВО-ФП).

10.2.3.14 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС).

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

Газ-носитель — гелий.

Скорость потока — 0,8 мл/мин.
 Температура инжектора — 290 °С.
 Объем впрыска — 2 мкл.
 Тип впрыска — без деления потока.
 Температура переходной линии — 280 °С
 Диапазон сканирования детектора — от 50 до 550 масса/заряд.
 Время анализа — 37 мин.
 Программа работы термостата:

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	60	1	10	290	
2	290	5	5	320	5

Ионы для количественного определения: Основной целевой ион, масса/заряд
 Эфиры лимонной кислоты 157
 Эфиры алкилсульфоновых кислот 94

10.2.4 Приготовление стандартных растворов

10.2.4.1 Маточные растворы

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

Т а б л и ц а 20 — Маточные растворы I

Маточный раствор	Растворитель	Эфир	Концентрация, мкг/мл
Эфир лимонной кислоты 3а	Гексан	Трибутил ацетилцитрат	500
Эфир лимонной кислоты 3б	Гексан	Трис(2-этилгексил)ацетилцитрат	1000
Эфир алкилсульфоновой кислоты 4	Гексан	Фениловый эфир алкилсульфоно-вой кислоты	5000

Готовят маточные растворы полиэфиров адипиновой кислоты, растворенных в метаноле.

Т а б л и ц а 21 — Маточные растворы II

Маточный раствор	Растворитель	Эфир	Концентрация, мкг/мл
Полиэфир адипиновой кислоты 2а	Метанол	Palamoll 632 или 636	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2б	Метанол	Palamoll 646	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2с	Метанол	Palamoll 652	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2д	Метанол	Palamoll 654 или 656	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2е	Метанол	Palamoll 858	5000
Полиэфир адипиновой кислоты 2ф	Метанол	Paraplex G-40	5000

П р и м е ч а н и е — Маточные растворы для полиэфиров адипиновой кислоты используют в основном для идентификации.

10.2.4.2 Градуировочные растворы

Градуировочные растворы (от Стд 1 до Стд 5), содержащие смесь компонентов из маточных растворов, готовят в стеклянных мерных колбах вместимостью 100 мл, используя пипетки. Для получения необходимой степени разбавления доливают гексан до метки на мерной колбе. В таблице 22 приведена концентрация каждого анализируемого вещества в градуировочном растворе.

Таблица 22 — Градуировочные растворы

Маточный раствор	Концентрация, мкг/мл				
	Стд 1	Стд 2	Стд 3	Стд 4	Стд 5
Маточный раствор 3а	10	15	20	25	30
Маточный раствор 3б	50	100	150	200	250
Маточный раствор 4	10	15	20	25	30

10.2.4.3 Стабильность стандартных растворов

Испытания стабильности показали, что маточные растворы пластификаторов и соответствующие градуировочные растворы могут храниться в течение 6 мес в холодильнике при температуре $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

10.2.5 Отбор образцов

При реализации через торговую сеть формирующиеся массы обычно находятся в потребительской упаковке в форме прямоугольных блоков. Представительные образцы для анализа могут быть отобраны из них без дополнительной обработки.

10.2.6 Подготовка образцов

Для каждого образца предварительно нагревают две колбы с плоским дном (см. 10.2.3.5), отмеченные как А и В, в печи (см. 10.2.3.3) при температуре $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ в течение (30 ± 5) мин.

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

После охлаждения колбы тщательно взвешивают и записывают значения массы.

Скальпелем или другим режущим инструментом отрезают небольшие репрезентативные фрагменты (менее 5 мм) из центра и с боков образца.

Взвешивают отрезанные фрагменты образца $(1 \pm 0,2)$ г с погрешностью 0,1 мг и помещают в наконечник экстрактора Сокслета, укупорив его сверху медицинской ватой массой около 0,2 г, чтобы не допустить утечки из наконечника любого присутствующего в образце неорганического наполнителя.

10.2.7 Методика измерения

10.2.7.1 Общие требования

Рекомендуется соблюдать все меры предосторожности при обращении с химикатами и оборудованием. Должны соблюдаться правила применения вытяжной вентиляции.

10.2.7.2 Экстрагирование эфиров лимонной кислоты и эфиров алкилсульфоновой кислоты
Добавляют (50 ± 1) мл гексана в колбу А.

Примечание 1 — В зависимости от размера стеклянной посуды, для достижения уровня переполнения и обеспечения приемлемого стекания, объем гексана рекомендуется корректировать.

Соединяют экстрактор Сокслета с колбой А и обратным холодильником и помещают в колбонагреватель.

Нагрев выполняют плавно в течение $(6 \pm 0,5)$ ч.

Через 6 ч выключают колбонагреватель и оставляют на время, достаточное для остывания гексана.

Сливают все излишки гексана, оставшиеся в экстракторе Сокслета, в колбу А.

Примечание 2 — Для защиты окружающей среды рекомендуется собрать испарившийся растворитель.

10.2.7.3 Экстрагирование полиэфиров адипиновой кислоты

Повторяют 10.3.7.1, используя предварительно взвешенную колбу В и (50 ± 1) мл метанола.

Примечание — В зависимости от размера стеклянной посуды, для достижения уровня переполнения и обеспечения приемлемого стекания, объем метанола рекомендуется корректировать.

10.2.7.4 Выпаривание растворителя и взвешивание

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

После испарения гексана и метанола колбы А и В помещают в печь (см. 10.2.3.3) при температуре $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Через (30 ± 5) мин колбы А и В достают из печи и охлаждают в сушильном шкафу.

После охлаждения в течение (30 ± 5) мин обе колбы А и В тщательно взвешивают и записывают значения массы.

Колбы снова помещают в печь и высушивают до постоянной массы, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний каждой колбы не будет менее 0,0005 г.

Записывают значения массы и определяют экстрагируемое содержание растворителя для гексана и метанола.

10.2.7.5 Холостой опыт

Определяют содержание остатка в чистой пробе растворителя путем выпаривания 50 мл гексана и 50 мл метанола соответственно в двух предварительно взвешенных колбах С и D, с выполнением этапов 10.2.6 (исключив этапы отбора пробы и экстрагирования) и 10.2.7.2. Если рассчитанное значение остатка в холостой пробе для растворителя больше или равно 0,001 г, то анализ повторяют с использованием другой партии растворителя, пока значение для холостой пробы не будет менее 0,001 г.

10.2.7.6 Определение эфиров лимонной кислоты и эфиров алкилсульфоновой кислоты методом газовой хроматографии с масс-селективным детектором (ГХ-МСД)

После взвешивания по 10.2.7.4 в колбу А добавляют (50 ± 2) мл гексана.

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

Сливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, несколько раз ополаскивают исходную колбу гексаном и добавляют его в колбу вместимостью 250 мл до метки.

Готовят (при необходимости) разведенные растворы, добавляя гексан, таким образом, чтобы конечная концентрация в растворе находилась в пределах линейной градуировочной концентрации для данного пластификатора.

Помещают часть гексана в пробирку с пробкой для анализа методом ГХ-МС (в условиях по 10.2.3.14).

Сравнивают спектры, полученные методом ГХ-МС, с известными спектрами или спектрами стандартных образцов эфиров для количественной идентификации пластификаторов или любых других соединений.

Строят градуировочный график, отражающий зависимость сигнала детектора от известных стандартных значений концентрации.

По градуировочному графику определяют сигнал детектора для эфира, обнаруженного в холостой пробе/исследуемой пробе, и интерполируют концентрацию эфира в мкг/мл с поправкой на разбавление.

10.2.7.7 Идентификация полиэфиров адипиновой кислоты методом ИК-НПВО-ФП

После взвешивания по 10.2.7.4 в колбу В добавляют (50 ± 2) мл метанола.

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

Сливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 мл, несколько раз ополаскивают исходную колбу метанолом и добавляют его в колбу вместимостью 250 мл до метки.

Сравнивают полученные инфракрасные спектры с соответствующей спектральной базой данных.

10.2.8 Оценка результатов

10.2.8.1 Расчет содержания веществ, экстрагируемых растворителем, включая пластификаторы

10.2.8.1.1 Содержание вещества, экстрагируемого гексаном и идентифицируемого как эфир лимонной и алкилсульфоновой кислоты методом ГХ-МС в % (по массе)

$$M_{\text{Hexane}} = \frac{W_{A+E} - W_A}{W_S} \times 100, \quad (1)$$

где M_{Hexane} — содержание вещества, экстрагируемого гексаном, % (по массе);

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

W_A — масса колбы А, г;

W_S — масса образца, г.

10.2.8.1.2 Содержание вещества, экстрагируемого метанолом и идентифицируемого как полиэфир адипиновой кислоты методом ИК-НПВО-ФП, % (по массе)

$$M_{\text{Methanol}} = \frac{W_{B+E} - W_B}{W_S} \times 100, \quad (2)$$

где M_{Methanol} — содержание вещества, экстрагируемого метанолом, % (по массе);

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

W_B — масса колбы В, г;

W_S — масса образца, г.

10.2.8.1.3 Содержание вещества, экстрагируемого совокупно гексаном и метанолом, % (по массе)

$$M_{te+p} = (1) + (2), \quad (3)$$

где M_{te+p} — содержание экстрагируемого вещества, включая пластификатор, % (по массе).

Если содержание веществ, экстрагируемых совокупно гексаном и метанолом, меньше 30 %, то дальнейший анализ отдельных пластификаторов не требуется, при этом указывают процент общего содержания экстрагируемого вещества в процентах (по массе), при условии, что можно подтвердить использование только пластификаторов из таблицы 15.

10.2.8.2 Расчет и идентификация содержания пластификаторов методом анализа ГХ-МС

10.2.8.2.1 Идентификация пластификаторов

Записывают пластификаторы, идентифицированные по 10.2.7.6 и 10.2.7.7.

10.2.8.2.2 Расчет содержания пластификаторов, определяемых методом ГХ-МС

10.2.8.2.2.1 Содержание эфира лимонной кислоты по методу ГХ-МС, % (по массе)

$$M_{CAE} = \frac{C_{e2} \times 250 \text{ (ml)} \times f}{W_S \times 10\,000}, \quad (4)$$

где M_{CAE} — содержание эфира лимонной кислоты, % (по массе);

C_{e2} — концентрация раствора экстракта, мкг/мл;

f — коэффициент разбавления;

W_S — масса образца, г.

$$C_{e2} = (W_{B+E}) - W_B, \quad (5)$$

где C_{e2} — концентрация раствора экстракта, мкг/мл;

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

W_B — масса колбы В, г.

10.2.8.2.2.2 Содержание эфира алкилсульфоновой кислоты по методу ГХ-МС, % (по массе)

$$M_{AAE} = \frac{C_e \times 250 \text{ (ml)} \times f}{W_S \times 10\,000}, \quad (6)$$

где M_{AAE} — содержание эфира алкилсульфоновой кислоты по методу ГХ-МС, % (по массе);

C_e — концентрация эфира алкилсульфоновой кислоты в растворе экстракта, мкг/мл;

f — коэффициент разбавления;

W_S — масса образца, г.

10.2.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a) тип и обозначение испытуемого продукта и (или) вещества;
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) результаты испытаний, представленные как:
 - 1) идентифицированные пластификаторы;
 - 2) содержание вещества, экстрагируемого гексаном, % (по массе);
 - 3) содержание вещества, экстрагируемого метанолом и идентифицируемого как полиэфир адипиновой кислоты методом ИК-НПВО-ФП, % (по массе);
 - 4) содержание вещества, экстрагируемого совокупно гексаном и метанолом, % (по массе);
 - 5) содержание эфира лимонной кислоты по методу ГХ-МС, % (по массе);
 - 6) содержание эфира алкилсульфоновой кислоты по методу ГХ-МС, % (по массе);
- d) любые отступления от методики испытания;
- e) дату проведения испытания.

10.3 Определение выбросов бензола, толуола и ксилолов в наборах, включающих формирующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ, предназначенные для последующего обжига, и наборах гранулированного полистирола

10.3.1 Сущность метода

Определение выбросов бензола, толуола и ксилолов в наборах, включающих формирующиеся массы на основе пластифицированного ПВХ, предназначенные для последующего обжига, и наборах гранулированного полистирола осуществляют методом парофазной газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором методом стандартных добавок.

10.3.2 Стандартные вещества и реактивы

Таблица 23 — Стандартные вещества

Химическое вещество	Номер CAS
Толуол	108-88-3
Бензол	71-43-2
<i>o</i> -Ксилол	95-47-6
<i>m</i> -Ксилол	108-38-3
<i>p</i> -Ксилол	106-42-3

Таблица 24 — Растворители

Химическое вещество	Номер CAS
Метанол	67-56-1

Примечание — В качестве альтернативы метанолу рекомендуется использовать растворитель с высокой температурой кипения типа додекана (не содержит соединения, подлежащие анализу), чтобы уменьшить давление паров в вials в свободном пространстве над веществом. Это особенно важно в том случае, если вial со свободным пространством над веществом не герметизирована (см. условия проведения парофазного анализа в 10.3.3.2).

10.3.3 Оборудование

10.3.3.1 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС)

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

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

Температура впрыска — 300 °С.

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

Температура интерфейса — 250 °С.

Температура ионного источника — 250 °С.

Время выборки — от 2 до 22 мин.

Диапазон масс-спектрометра — от 30 до 500 масса/заряд.

Получение данных — 1 скан/с.

Допускается применять другие параметры при условии, что их использование обеспечивает лучшие или сопоставимые результаты.

Газ-носитель — гелий.

Таблица 25 — Программа работы термостата для определения выделяющихся бензола, толуола и ксилолов

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	35	10	7	150	
2	150	0	20	220	6

Таблица 26 — Стандартное время выдержки для бензола, толуола, *m*-ксилола и *o*-ксилола

Растворитель	Стандартное время выдержки, мин	Растворитель	Стандартное время выдержки, мин
Бензол	3,4	<i>m</i> -Ксилол	10,5
Толуол	5,6	<i>o</i> -Ксилол	12,3

Условия детектирования для определения бензола, толуола и ксилолов

Ионы для количественного определения

Основной целевой ион, масса/заряд

Бензол	78
Толуол	91
Ксилол	91

10.3.3.2 Условия парофазного анализа

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

Замкнутая система давления, герметично закупоренная виала с газом-носителем. Поворачивают кран и замкнутую систему заполняют образцом. Снова поворачивают кран, чтобы летучие вещества образца попали в колонку.

Продувочный газ-носитель — гелий при давлении 45 кПа.

Температура термостатирования — 130 °С при испытании материала на основе ПВХ и 180 °С при испытании материала, изготовленного из полистирола.

Температура иглы — 140 °С при испытании материала на основе ПВХ и 190 °С при испытании материала, изготовленного из полистирола.

Температура переходной линии — 140 °С при испытании материала на основе ПВХ и 190 °С при испытании материала, изготовленного из полистирола.

Время впрыска — 0,05 мин.

Время герметизации давлением — 4 мин.

Время термостатирования — 30 мин.

Время извлечения иглы — 0,2 мин.

10.3.3.3 Дополнительное лабораторное оборудование

Стеклянную посуду перед применением необходимо очистить, предпочтительно ополоснуть несколькими миллилитрами дихлорметана и высушить, чтобы избежать загрязнения бензола, толуола и ксилолов.

10.3.3.3.1 **Аналитические весы** с дискретностью взвешивания 0,1 мг.

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

10.3.3.3.3 **Виалы из коричневого стекла для отбора проб газопаровой фазы.**

10.3.3.3.4 **Мерные стеклянные пипетки** вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 10,0 и 20,0 мл.

10.3.3.3.5 **Мерные колбы из коричневого стекла** вместимостью 10, 20, 50 и 100 мл.

10.3.3.3.6 **Шприц** вместимостью 1000 мкл.

10.3.4 Приготовление стандартных растворов

Тщательно взвешивают приблизительно 100 мг каждого стандартного раствора (бензола, толуола, *m*-, *p*-, *o*-ксилола), растворяют в метаноле и доводят до объема 100 мл в мерной колбе. Разбавляют маточный стандартный раствор метанолом для получения стандартных растворов с концентрацией 5, 10, 20, 50 и 100 мкг/мл.

С растворами необходимо работать в стеклянной посуде (см. 10.3.3.3.3 и 10.3.3.3.5) при температуре (4 ± 2) °С. Маточный стандартный раствор должен быть израсходован в течение одного месяца. Стандартные растворы должны быть свежеприготовленными.

10.3.5 Отбор образцов

Приемлемыми материалами для применения метода являются формулирующиеся массы ПВХ и гранулированный полистирол. Репрезентативные образцы материала отбирают без последующей гомогенизации. Для предупреждения потери летучих веществ образцы до начала анализа должны храниться в герметичном контейнере.

10.3.6 Подготовка образца

Специальная подготовка образца не требуется. Образцы материала ПВХ для анализа отбирают в виде отдельных фрагментов материала, схожих по форме, и взвешивают.

Если исследуемый материал представлен в разных цветах, то для анализа по возможности отбирают части образца материала каждого цвета и обрабатывают их по отдельности.

Взвешивают по $(1 \pm 0,05)$ г каждого анализируемого образца с погрешностью 0,001 г и помещают в каждую из пяти виал, предназначенных для парофазного анализа. Затем добавляют 500 мкл различных стандартных растворов (см. 10.3.4) для получения стандартных добавок по 2,5; 5,0; 10,0; 25,0 и 50,0 мкг соответственно.

Быстро и герметично закупоривают каждую виалу и выдерживают при комнатной температуре в течение 1 ч.

10.3.7 Методика измерения

Перед впрыском нагревают каждый анализируемый образец в системе газового хроматографа для парофазного анализа в течение (30 ± 1) мин при температуре 130 °С для исследования испытуемого материала на основе ПВХ или 180 °С для исследования испытуемого материала, изготовленного из полистирола. Кроме того, выполняют аналогичный анализ пустой виалы в качестве холостой пробы, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений в окружающем воздухе.

Выполняют газохроматографический анализ образца с соблюдением условий по 10.3.3.1.

10.3.8 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.

10.3.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a) тип и обозначение испытуемого продукта и (или) материала;
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) результаты испытания, представленные как:
 - 1) бензол, выделяющийся из ПВХ или полистирола, мг/кг;
 - 2) толуол, выделяющийся из ПВХ или полистирола, мг/кг;
 - 3) ксилол, выделяющийся из ПВХ или полистирола, мг/кг;
- d) любые отступления от методики испытания;
- e) дату проведения испытания.

10.3.10 Критические точки контроля

Необходимый объем стандартного образца должен быть добавлен в виалу. Учитывая летучесть органических соединений, виала должна быть незамедлительно герметично закупорена.

Время нагревания материала игрушки должно составлять (30 ± 1) мин для каждого анализируемого образца. Температура в камере термостата для парофазного анализа должна поддерживаться в пределах (130 ± 3) °С для формующихся масс на основе ПВХ и (180 ± 5) °С для гранулированного полистирола.

Прокладка виалы для парофазного анализа не должна оказывать влияние на результаты исследований (инертность, не должна выделять или абсорбировать какие-либо вещества).

10.4 Определение содержания стирола в гранулах полистирола

10.4.1 Сущность метода

Количество стирола в полистироле определяют методом газовой хроматографии с применением средств масс-спектрометрии в качестве системы детектирования. Количественную оценку выполняют путем градуировки по внешним стандартным образцам мономера стирола.

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

10.4.2 Стандартное вещество и реактивы

10.4.2.1 Стандартное вещество

Т а б л и ц а 27 — Стандартное вещество

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

10.4.2.2 Реактивы

Таблица 28 — Реактивы

Химическое вещество
Дихлорметан
Метанол

10.4.3 Оборудование

10.4.3.1 Газовый хроматограф, оснащенный инжектором с делением/без деления потока и ГХ-колонок масс-спектрометрического детектора, способной отделять стирол от смесей растворителей и полностью удалять добавки в полистироле.

Колонка — шитый 5 %-ный фенилметилсилоксан, 95 %-ный диметилполисилоксан (DB-VRX), 30 м × 0,25 мм (внутренний диаметр) × 0,25 мкм (толщина пленки) или аналогичная.

Газ-носитель — гелий.

При соблюдении данных условий стандартное время удерживания стирола составляет примерно 12,5 мин.

Таблица 29 — Программа работы термостата для определения содержания стирола

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	35	10	7	150	
2	150	0	20	220	6

Условия впрыска:

- температура впрыска — 250 °С;
- объем впрыска — 2 мкл;
- режим впрыска — без деления потока, кран-дозатор закрыт от 0 до 1,5 мин.

Условия детектирования для определения стирола:

- система детектирования - квадрупольный масс-спектрометр;
- режим-СИМ (селективный мониторинг ионов) с регистрацией следующих ионов: 104 и 78 масса/заряд;

заряд;

- температура интерфейса — 250 °С;
- температура ионного источника — 250 °С;
- время выборки — от 3 до 25 мин;
- скорость получения данных — 2 скан/с.

10.4.3.2 Оборудование общего назначения и стеклянная посуда, используемые в лаборатории

10.4.3.3 **Аналитические весы** с дискретностью взвешивания 0,1 мг.

10.4.3.4 **Центрифуга**, способная обеспечивать ускорение не менее 2300 g^* .

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

10.4.3.6 **Стеклянные колбы** с притертыми стеклянными пробками.

Необходимо избегать применения оборудования, изготовленного из пластмассы. Стеклянную посуду следует вымыть, ополоснуть несколькими миллилитрами смеси растворителей (дихлорметан и метанол) и высушить перед применением.

10.4.3.7 **Мерная колба и мерные пипетки**

10.4.4 Приготовление стандартных растворов

Готовят маточный стандартный раствор, растворив 80 мг стирола в метаноле, затем в мерной колбе доводят его объем до 100 мл. Разбавляют приготовленный маточный стандартный раствор смесью дихлорметана и метанола (2 + 1) (по объему) для получения градуировочных растворов с концентрацией 0,4; 1; 5; 10 и 20 мкг/мл.

* $1\ g \approx 10\ m/c^2$.

Стандартные растворы должны храниться при температуре $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и могут использоваться в течение двух недель после приготовления.

10.4.5 Отбор образцов

Гранулы каждого цвета должны испытываться отдельно.

10.4.6 Подготовка образца

Специальная подготовка образца не требуется.

10.4.7 Методика измерения

Отвешивают $(1,5 \pm 0,1)$ г анализируемого образца с погрешностью до 0,001 г и помещают в коническую колбу с притертой стеклянной пробкой вместимостью 50 мл. Добавляют 10,0 мл дихлорметана. Осторожно взбалтывают раствор до полного растворения полимера (может потребоваться до 24 ч). Затем добавляют 5,0 мл метанола и размешивают, так чтобы полимер выпал в осадок. Для завершения разделения фаз перед анализом раствор помещают в центрифугу.

Выполняют анализ градуировочных растворов методом ГХ-МС с соблюдением условий, описанных в 10.4.3.1. Строят градуировочный график по пяти точкам зависимости отклика от концентрации стирола, мг/мл. Затем при идентичных условиях выполняют анализ раствора образца.

10.4.8 Оценка результатов

Концентрацию стирола, мг/мл, в растворе образца интерполируют непосредственно по графику и содержанию стирола, мг/кг, в образце, рассчитанному следующим образом:

$$M_{\text{st}} = \frac{C_{\text{st}} \times 15}{W_{\text{S}} \times 1000}, \quad (7)$$

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

C_{st} — концентрация стирола, полученная по градуировочной кривой, мг/л;

W_{S} — масса образца, г.

Результаты измерений концентрации стирола, выраженные в миллиграммах стирола на килограмм полистирола, должны быть представлены как среднее арифметическое результатов двух или более измерений.

10.4.9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a) тип и обозначение испытуемого продукта и (или) вещества;
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) результаты испытаний в виде:
 - 1) содержания стирола в полистироле, мг/кг;
- d) любые отступления от методики испытания;
- e) дату проведения испытаний.

10.5 Определение органических растворителей

10.5.1 Общие требования

В *химических игрушках* допускается использование лишь определенных растворителей, а в отдельных случаях количество этих растворителей не должно превышать установленный максимальный предел. Определение 27 растворителей, перечисленных в таблице 30, необходимо проводить с минимальным уровнем обнаружения 0,2 %. В таблице В.1 указаны методики, которые следует применять для каждого типа образца и растворителя.

Т а б л и ц а 30 — Растворители/идентификация

Растворитель	Пункт(ы) и таблица(ы), устанавливающие требования
Ацетон (диметилкетон)	7.2.2 (таблица 11)
Циклогексан	7.2.2 (таблица 11)
3-Пентанон (диэтилкетон)	7.2.2 (таблица 11)
Этилацетат	7.2.2 (таблица 11)

Окончание таблицы 30

Растворитель	Пункт(ы) и таблица(ы), устанавливающие требования
Этанол (этиловый спирт)	7.2.2 (таблица 11); 7.3.1 и 7.3.1 (таблица 13)
Изопропилацетат	7.2.2 (таблица 11)
Пропан-2-ол (изопропиловый спирт)	7.2.2 (таблица 11); 7.3.1 и 7.3.1 (таблица 13)
Метилацетат	7.2.2 (таблица 11)
Бутан-2-он (метилэтилкетон)	7.2.2 (таблица 11); 7.4.1 (таблица 15)
3-Метилбутан-2-он (метилизопропилкетон)	7.2.2 (таблица 11)
<i>n</i> -Бутилацетат	7.2.2 (таблица 11)
<i>n</i> -Пропилацетат	7.2.2 (таблица 11)
1-Метоксипропан-2-ол	7.2.2 (таблица 11); 7.3.1 (таблица 13); 7.4.1 (таблицы 14 и 15)
1,1-Диметоксиэтан	7.2.2 (таблица 11)
<i>n</i> -Гексан	7.2.2, 7.4
Фракция нефти (диапазон кипения от 35 °С до 160 °С)	7.2.2 (таблица 11); 7.4.1 (таблица 15)
Углеводороды C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные	7.2.2 (таблица 11); 7.4.1 (таблица 15)
Пропан-1,2-диол (пропиленгликоль)	7.3 и 7.3.1 (таблица 13)
2-Метилпентан-2,4-диол (гексиленгликоль)	7.3 и 7.3.1 (таблица 13)
Бутан-1-ол (<i>n</i> -бутиловый спирт)	7.4.1 (таблица 15)
2-Метилпропан-1-ол (изобутанол)	7.4.1 (таблица 15)
1-Метоксипропан-2-ил ацетат	7.4.1 (таблица 15)
3-Метоксибутил ацетат	7.4.1 (таблица 15)
Бутилгликолят (бутилгидроксиацетат)	7.2.1.2.1 (таблица 6)
Капролактам	7.2.1.2.1 (таблица 6)
2-(2-бутоксизтокси)этилацетат	7.2.1.2.1 (таблица 6)
Триацетат глицерина	7.4.1 (таблица 15)

Определение 12 растворителей, перечисленных в таблице 31, необходимо проводить с минимальным уровнем обнаружения 0,1 %.

Таблица 31 — Растворители/идентификация

Растворитель	Максимально допустимая концентрация
Бутилгликолят (бутилгидроксиацетат)	3 %
Капролактам	5 %
2-(2-бутоксизтокси)этилацетат	3 %
<i>n</i> -Гексан	0,5 %
2-Метилпропан-1-ол (изобутиловый спирт)	2 %
Бутан-1-ол (<i>n</i> -бутиловый спирт)	2 %

Окончание таблицы 31

Растворитель	Максимально допустимая концентрация
Этанол (этиловый спирт)	10 % (общее содержание) в красках и лаках на водной основе
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 растворителей
Примечание — Значения максимальной допустимой концентрации приведены для справки.	

10.5.2 Сущность метода

Растворители идентифицируют парофазной газовой хроматографией с пламенно-ионизационным детектором (ПФ-ГХ-ПИД) с использованием двух различных колонок для сравнительной идентификации или газовой хроматографией с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС).

Растворители определяют по одному из следующих методов в зависимости от летучести растворителя и матрицы образца:

- 1) парофазная газовая хроматография с пламенно-ионизационным детектором (ПФ-ГХ-ПИД) для определения летучих растворителей (температура кипения меньше или равна 120 °С);
- 2) газовая хроматография с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС) для определения нелетучих растворителей (температура кипения меньше 120 °С);
- 3) газовая хроматография с пламенно-ионизационным детектором (ГХ-ПИД) для определения пропан-1,2-диола.

Определение наличия фракций нефти выполняют по EN ISO 22854.

10.5.3 Стандартные вещества и реактивы**10.5.3.1 Стандартные растворители**

Таблица 32 — Растворители

Химическое вещество	Номер CAS	Плотность ^{a)} , г/мл
Ацетон	67-64-1	0,791
Циклогексан	110-82-7	0,778
Пентан-3-он	96-22-0	0,853
Этилацетат	141-78-6	0,902
Этанол	64-17-5	0,785
Изопропилацетат	108-21-4	0,872
Пропан-2-ол	67-63-0	0,785
Метилацетат	79-20-9	0,932
Бутан-2-он	78-93-3	0,806
3-Метилбутан-2-он	563-80-4	0,805
Бутилацетат	123-86-4	0,872
Пропилацетат	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

Окончание таблицы 32

Химическое вещество	Номер CAS	Плотность ^{a)} , г/мл
2-Метилпентан-2,4-диол	107-41-5	0,925
1-Метоксипропан-2-ил ацетат	108-65-6	0,969
3-Метоксибутил ацетат	4435-53-4	0,96
2-Метилпропан-1-ол	78-83-1	0,803
Бутан-1-ол	71-36-3	0,810
<i>n</i> -Гексан	110-54-3	0,659
Фракция нефти (диапазон кипения от 35 °С до 160 °С) ^{b)}	64742-89-8	—
Углеводороды C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные	93763-35-0	—
Бутилгликолят	7397-62-8	1,019
Капролактан	105-60-2	—
2-(2-бутоксипропилокси)этилацетат	124-17-4	0,978
Триацетат глицерина	102-76-1	1,155
<p>a) Значения плотности чистого вещества.</p> <p>b) Рассматриваемые фракции нефти не представлены в торговле; дана ссылка на ближайшее соответствие.</p>		

10.5.3.2 Реактивы

Таблица 33 — Реактивы

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

10.5.4 Оборудование

10.5.4.1 Аналитические весы с дискретностью взвешивания 0,1 мг.

10.5.4.2 Виала для парового анализа стеклянная вместимостью 22 мл, с обжимной крышкой.

10.5.4.3 Стеклянная мерная колба, 20 мл.

10.5.4.4 Колба мерная, 50 мл.

10.5.4.5 Колба мерная, 100 мл.

10.5.4.6 Стеклянная мерная посуда общего назначения.

10.5.4.7 Пипетки с регулируемым объемом (диапазон от 0,02 до 10,00 мл).

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

10.5.4.9 Шприцевый фильтр с нейлоновой мембраной 0,45 мкм.

10.5.4.10 Шприцевый фильтр с мембраной из ацетата целлюлозы (АЦ), 0,45 мкм.

10.5.4.11 Паровый газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (ПФ-ГХ-ПИД)

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

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

Газ-носитель — гелий.
 Скорость разделенного потока — 18 мл/мин (ГХ без паровой фазы).
 Расход колонки — 1,19 мл/мин при 50 °С.
 Низкий расход при температуре 220 °С.
 Давление на входе в колонку — 72,4 кПа (10,5 psi).
 Обдув прокладки инжектора — 4 мл/мин.
 Скорость разделенного потока — 51 мл/мин (ГХ с паровой фазой).
 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 работы термостата — см. таблицу 34.

Т а б л и ц а 34 — Программа работы термостата для определения органических растворителей (ПФ-ГХ-ПВД)

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	50	1	2,5	100	
2	100	0,5	10	220	5

10.5.4.12 Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС)

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

Газ-носитель — гелий.
 Скорость потока — 0,8 мл/мин.
 Температура инжектора — 290 °С.
 Объем впрыска — 2 мкл.
 Тип впрыска — с делением потока/без деления потока.
 Температура переходной линии — 280 °С.
 Диапазон сканирования детектора — от 50 до 550 масса/заряд.
 Время анализа — 25 мин.
 Программа работы термостата — см. таблицу 35.

Т а б л и ц а 35 — Программа работы термостата для определения органических растворителей (ГХ-МС)

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	40	4	20	280	
2	280	4	20	300	2

10.5.4.13 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (ГХ-ПВД)

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

Газ-носитель — гелий.
 Скорость потока — 1,6 мл/мин.
 Температура инжектора — 250 °С.
 Тип впрыска — с делением потока (деление потока в соотношении 100 : 1).
 Объем впрыска — 0,2 мкл.
 Температура переходной линии — 250 °С.
 Температура инжектора — 250 °С.
 Время анализа — 35 мин.
 Программа работы термостата — см. таблицу 36.

Т а б л и ц а 36 — Программа работы термостата для определения органических растворителей (ГХ-ПВД)

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	50	0,55	7	75	
2	75	4	4	110	6

10.5.5 Приготовление стандартных растворов

Примечание — Испытания стабильности показали, что маточные растворы растворителей (менее 10 мг/мл) могут храниться в течение 6 мес в холодильнике при температуре $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

10.5.5.1 Маточные растворы для идентификации и определения растворителей с использованием ПФ-ГХ-ПВД

Готовят маточный раствор концентрацией 250 мг/мл (массовая концентрация 25 %) каждого растворителя, приведенного в таблице 37 (за исключением *n*-гексана), используя пипетку с регулируемым объемом (см. 10.5.4.7) для переноса расчетного объема растворителя (эквивалентного 12,5 г растворителя) в мерную колбу вместимостью 50 мл (см. 10.5.4.4) и доливая объем до метки дихлорметана (см. 10.5.3.2).

Объем каждого летучего органического растворителя, который требуется поместить в мерную колбу вместимостью 50 мл, вычисляют по формуле

$$V_s = \frac{V_f \times d_s}{c_{sst}}, \quad (8)$$

где V_s — объем растворителя, мл;

V_f — объем колбы, мл;

c_{sst} — концентрация маточного раствора, мг/мл;

d_s — плотность растворителя, мг/мл.

Для *n*-гексана готовят маточный раствор концентрацией 100 мг/мл, с учетом низкой смешиваемости *n*-гексана с ДМФА.

Т а б л и ц а 37 — Органические растворители для анализа методом ПФ-ГХ-ПВД

Органический растворитель
Ацетон
Циклогексан
Пентан-3-он
Этилацетат
Этанол
Изопропилацетат
Пропан-2-ол
Метилацетат
Бутан-2-он
3-метилбутан-2-он
Бутилацетат
Пропилацетат
1-Метоксипропан-2-ол
1,1-Диметоксиэтан
2-Метилпропан-1-ол
Бутан-1-ол
<i>n</i> -Гексан

10.5.5.2 Маточные растворы для идентификации и определения растворителей с использованием ГХ-МС

Готовят маточный раствор концентрацией 10 мг/мл каждого органического растворителя, указанного в таблице 38, отвесив 1,00 г растворителя в мерную колбу вместимостью 100 мл (см. 10.5.4.5) и доведя объем до метки ДМФА.

Т а б л и ц а 38 — Органические растворители для анализа методом ГХ-МС

Органический растворитель
Бутил ацетат
1-Метоксипропан-2-ил ацетат
2-Метилпентан-2,4-диол
3-Метоксибутил ацетат
Бутил гликолят
2-(2-бутоксизтокси)этил ацетат
Капролактан
Триацетат глицерина
Фракция нефти (диапазон кипения от 35 °С до 160 °С)
Углеводороды C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные

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

Готовят маточный раствор пропан-1,2-диола концентрацией 10 мг/мл, отвесив 1,00 г пропан-1,2-диола в мерную колбу вместимостью 100 мл и доведя объем до метки ДМФА.

10.5.5.4 Градуировочные растворы

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

10.5.5.4.1 Градуировочные растворы для идентификации растворителей с использованием ПФ-ГХ-ПИД

Готовят рабочие растворы концентрацией 50 мг/мл и составом согласно таблицам 39—43, помещая при помощи пипетки по 10,00 мл каждого соответствующего маточного раствора концентрацией 250 мг/мл (см. 10.5.5.1) в четыре отдельные мерные колбы вместимостью 50 мл и доводя объем до метки ДМФА.

Т а б л и ц а 39 — Рабочий раствор 1

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 1
Этанол	250 мг/мл	50 мг/мл
Пропан-2-ол	250 мг/мл	
1-Метоксипропан-2-ол	250 мг/мл	

Т а б л и ц а 40 — Рабочий раствор 2

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 2
Ацетон	250 мг/мл	50 мг/мл
Этилацетат	250 мг/мл	
3-Метилбутан-2-он	250 мг/мл	
2-Метилпропан-1-ол	250 мг/мл	

Таблица 41 — Рабочий раствор 3

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 3
1,1-диметоксиэтан	250 мг/мл	50 мг/мл
Бутан-2-он	250 мг/мл	
Пропилацетат	250 мг/мл	
Бутан-1-ол	250 мг/мл	

Таблица 42 — Рабочий раствор 4

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 4
Метилацетат	250 мг/мл	50 мг/мл
Циклогексан	250 мг/мл	
Бутилацетат	250 мг/мл	
Пентан-3-он	250 мг/мл	
Изопропилацетат	250 мг/мл	

Готовят рабочий раствор *n*-гексана (см. таблицу 43) с концентрацией 50 мг/мл, поместив при помощи пипетки 25,00 мл соответствующего маточного раствора *n*-гексана концентрацией 100 мг/мл в мерную колбу вместимостью 50 мл и доведя объем до метки ДМФА.

Таблица 43 — Рабочий раствор 5

Органический растворитель	Маточный раствор	Рабочий раствор 5
<i>n</i> -Гексан	100 мг/мл	50 мг/мл

10.5.5.4.2 Градуировочные растворы для идентификации растворителей в материалах на водной основе

Используя пипетку с регулируемым объемом, готовят градуировочные растворы а и б по таблице 44 на основе соляного раствора (см. 10.5.3.2) для рабочего раствора 1 в виалах для парофазного анализа (см. 10.5.4.2). Виалы для парофазного анализа герметично укупоривают крышками, затем встряхивают каждую виалу для получения однородного раствора.

Примечание — Применение соляного раствора позволяет повысить чувствительность определения за счет снижения растворимости органических молекул в водной фазе (так называемый эффект высаливания).

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

	Объем добавляемого рабочего раствора концентрацией 50 мг/мл, мл	Объем добавляемого 10 %-ного соляного раствора, мл	Общий объем рабочего и соляного растворов, мл	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

10.5.5.4.3 Градуировочные растворы для идентификации растворителей в материалах на основе растворителей

Используя пипетку с регулируемым объемом, готовят градуировочные растворы а и б по таблице 45 на основе ДМФА для рабочих растворов 1—5 в виалах для парофазного анализа. Виалы для парофазного анализа герметично укупоривают крышками, затем каждую виалу встряхивают для получения однородного раствора.

Таблица 45 — Градуировочные растворы в ДМФА для материалов на основе растворителей

	Объем добавляемого рабочего раствора концентрацией 50 мг/мл, мл	Объем добавляемого ДМФА, мл	Общий объем рабочего раствора и ДМФА, мл	Масса растворителя в вiale 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

10.5.5.4.4 Градуировочные растворы для определения растворителей с использованием ПФ-ГХ-ПИД

В зависимости от матрицы и определяемого растворителя готовят градуировочные растворы а—е для бутан-1-ола, 2-метилпропан-1-ола, *n*-гексана, 1-метоксипропан-2-ола, этанола и пропан-2-ола, поместив пипеткой указанное количество (по таблицам 46—49) ДМФА или соляного раствора (см. 10.5.3.2) соответственно и рабочего раствора (см. 10.5.5.4.1) или маточного раствора (см. 10.5.5.1) в вилу для парофазного анализа. Вилы для парофазного анализа герметично укупоривают крышками, затем встряхивают для получения однородного раствора.

Таблица 46 — Градуировочные растворы в ДМФА для бутан-1-ола и 2-метилпропан-1-ола

	Объем добавляемого рабочего раствора 2 или 3, мл	Объем добавляемого ДМФА, мл	Общий объем рабочего раствора и ДМФА, мл	Масса растворителя в вiale для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация в образце, %
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 — Градуировочные растворы в ДМФА или соляном растворе для *n*-гексана

	Объем добавляемого маточного раствора концентрацией 100 мг/мл, мл	Объем добавляемого ДМФА, мл	Общий объем маточного раствора и ДМФА, мл	Масса растворителя в вiale для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация в образце, %
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 — Градуировочные растворы в ДМФА для 1-метоксипропан-2-ола

	Объем добавляемого рабочего раствора концентрацией 250 мг/л, мл	Объем добавляемого ДМФА, мл	Общий объем маточного раствора и ДМФА, мл	Масса растворителя в вiale для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация в образце, %
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 — Градуировочные растворы в соляном растворе для 1-метоксипропан-2-ола, этанола и пропан-2-ола

	Объем добавляемого маточного раствора концентрацией 250 мг/л, мл	Объем добавляемого 10 %-ного соляного раствора, мл	Общий объем маточного раствора и соляного раствора, мл	Масса растворителя в вiale для парофазного анализа, мг	Эквивалентная концентрация в образце, %
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

10.5.5.4.5 Градуировочные растворы для идентификации растворителей с использованием ГХ-МС

Готовят градуировочные растворы a и b для каждого набора растворителей (с А по Е) в соответствии с таблицей 50, при помощи пипетки помещая необходимые объемы соответствующих маточных растворов концентрацией 10 мг/мл (см. 10.5.5.2) в мерные колбы вместимостью 100 мл и доводя объем до метки дихлорметана.

Таблица 50 — Градуировочные растворы для идентификации растворителей методом ГХ-МС

Набор	Органический растворитель	Концентрация градуировочного раствора a, мг/мл	Концентрация градуировочного раствора b, мг/мл
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-бутоксизтокси)этилацетат	0,25	0,05
D	Капролактан Триацетат глицерина	0,02	0,005
E	Фракция нефти (диапазон кипения от 35 °С до 160 °С), углеводороды C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные	0,25	0,05

10.5.5.4.6 Градуировочные растворы для определения растворителей с использованием ГХ-МС

Готовят градуировочные растворы a—e для 2-(2-бутоксизокси) этилацетата, бутилгликолята, капролактама и 2-метилпентан-2,4-диола в соответствии с таблицей 51, помещая пипеткой указанный объем (согласно таблицам 51—54) соответствующего маточного раствора концентрацией 10 мг/мл (см. 10.5.5.2) в мерные колбы вместимостью 100 мл и доводя объемы до метки дихлорметаном.

Таблица 51 — Градуировочные растворы 2-(2-бутоксизокси)этил ацетат

	Объем добавляемого маточного раствора концентрацией 10 мг/мл, мл	Концентрация градуировочного раствора, мг/мл	Эквивалентная концентрация образца ^{a), b)} , %
a	0,50	0,050	15
b	0,25	0,025	7,5
c	0,10	0,010	3

Окончание таблицы 51

	Объем добавляемого маточного раствора концентрацией 10 мг/мл, мл	Концентрация градуировочного раствора, мг/мл	Эквивалентная концентрация образца ^{a)} , ^{b)} , %
d	0,075	0,0075	2,25
e	0,005	0,0005	1,5
a) Из расчета, что для анализа и разбавления по 10.5.5.4.1 используют 1,000 г образца. b) Информация для справки.			

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

	Объем добавляемого маточного раствора концентрацией 10 мг/мл, мл	Концентрация градуировочного раствора, мг/мл	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) Из расчета, что для анализа и разбавления по 10.5.5.4.1 используют 1,000 г образца. b) Информация для справки.			

Т а б л и ц а 53 — Градуировочные растворы для капролактама

	Объем добавляемого маточного раствора концентрацией 10 мг/мл, мл	Концентрация градуировочного раствора, мг/мл	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) Из расчета, что для анализа и разбавления по 10.5.5.4.1 используют 1,000 г образца. b) Информация для справки.			

Т а б л и ц а 54 — Градуировочные растворы для 2-метилпентана-2,4-диола

	Объем добавляемого маточного стандартного раствора концентрацией 10 мг/мл, мл	Концентрация градуировочного раствора, мг/мл	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	0,0005	1,5
a) Из расчета, что для анализа и разбавления по 10.5.5.4.1 используют 1,000 г образца. b) Информация для справки.			

10.5.5.4.7 Градуировочные растворы для определения пропан-1,2-диола с использованием ГХ-ПВД

Готовят градуировочные растворы а—е для пропан-1,2-диола, помещая пипеткой указанный объем (см. таблицу 55) маточного стандартного раствора пропан-1,2-диола (см. 10.5.5.3) в мерные колбы вместимостью 100 мл и доводя объем до метки дихлорметаном.

Т а б л и ц а 55 — Градуировочные растворы для определения пропан-1,2-диола методом ГХ-ПВД

	Объем добавляемого маточного стандартного раствора концентрацией 10 мг/мл, мл	Концентрация градуировочного раствора, мг/мл	Эквивалентная концентрация в 1 г образца ^{а), б)} , %
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

а) Из расчета, что для анализа и разбавления по 10.5.5.4.1 используют 1,000 г образца.
б) Информация для справки.

10.5.6 Отбор образцов

Отбор образцов для анализа производят непосредственно из первичной упаковки. Образцы могут находиться в различных пробирках и колбах, при открытии которых летучие компоненты попадают в атмосферу. После вскрытия первичной упаковки образец размешивают стеклянной палочкой, чтобы по возможности привести его в однородное состояние. Образец массой менее 1 г должен быть незамедлительно перемещен в виалу для отбора образцов или колбу.

10.5.7 Подготовка образцов

10.5.7.1 Общие требования

Для снижения потерь растворителя образец перед вскрытием необходимо охладить в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С в течение 1 ч.

10.5.7.2 Подготовка образца для идентификации и определения растворителей методом ПФ-ГХ-ПВД

Отвешивают $(1,0 \pm 0,05)$ г анализируемой части образца с погрешностью до 0,001 г в виалу для парового анализа и записывают полученное значение массы. Для образцов на водной основе добавляют 5 мл соляного раствора, а для безводных образцов — 5 мл дихлорметана соответственно. Быстро укупоривают виалу крышкой и встряхивают, чтобы привести раствор в однородное состояние.

10.5.7.3 Подготовка образца для идентификации растворителей методом ГХ-МС

Примечание — Вводить в газовый хроматограф неподготовленный образец не рекомендуется; предварительно его необходимо очистить. Поскольку растворители, идентифицируемые данным методом, имеют низкую летучесть, потери при этом будут минимальными.

10.5.7.3.1 Образцы клея, разбавителя и краски на основе растворителей

Отвешивают $(1,0 \pm 0,05)$ г анализируемого образца с погрешностью до 0,001 г в химический стакан вместимостью 50 мл и добавляют 5 мл дихлорметана. Растворяют анализируемую часть образца, перемешивая ее плавными, круговыми движениями, отфильтровывают через фильтровальную бумагу (см. 10.5.4.8), помещают в мерную колбу вместимостью 20 мл и, добавляя дихлорметан, доводят объем раствора до метки. Перед впрыском в систему ГХ-МС может потребоваться дополнительная фильтрация образцов клея и краски шприцевым фильтром с нейлоновой мембраной 0,45 мкм (см. 10.5.4.9). Пипеткой помещают 1 мл раствора образца в виалу с обжимной крышкой.

10.5.7.3.2 Образцы клея на водной основе

Отвешивают $(1,0 \pm 0,05)$ г анализируемого образца с погрешностью до 0,001 г в химический стакан вместимостью 50 мл и добавляют 5 мл воды. Растворяют анализируемую часть образца для анализа, перемешивая ее плавными, круговыми движениями, отфильтровывают через фильтровальную бумагу, помещают в мерную колбу вместимостью 20 мл и, добавляя метанол, доводят объем раствора до метки. Перед впрыском в систему ГХ-МС может потребоваться дополнительная фильтрация некоторых

растворов шприцевым фильтром с мембраной из ацетата целлюлозы (АЦ) 0,45 мкм (см. 10.5.4.10). Пипеткой помещают 1 мл раствора образца в виалу с обжимной крышкой.

10.5.7.3.3 Образцы краски на водной основе

Отвешивают $(1,0 \pm 0,05)$ г анализируемого образца с погрешностью до 0,001 г в химический стакан вместимостью 50 мл и добавляют 5 мл метанола. Растворяют анализируемую часть образца плавными, круговыми движениями, отфильтровывают через фильтровальную бумагу (см. 10.5.4.8), помещают в мерную колбу вместимостью 20 мл и, добавляя метанол, доводят объем раствора до отметки. Перед впрыском в систему ГХ-МС может потребоваться дополнительная фильтрация некоторых растворов шприцевым фильтром с мембраной из ацетата целлюлозы (АЦ) 0,45 мкм (см. 10.5.4.10). Пипеткой помещают 1 мл раствора образца в виалу с обжимной крышкой.

10.5.7.4 Подготовка образцов для определения отдельных растворителей методом ГХ-МС

Для определения 2-(2-бутоксизтокси) этилацетата, бутилгликолята, капролактама и 2-метилпентан-2,4-диола требуется раствор образца, приготовленный по 10.5.7.3 и дополнительно разбавленный дихлорметаном или метанолом для получения концентрации аналита в пределах градуировочного диапазона. Значения коэффициента разбавления приведены в таблице 56. Пипеткой помещают 1 мл раствора образца в виалу с обжимной крышкой для анализа методом ГХ-МС.

Т а б л и ц а 56 — Коэффициенты разбавления для количественного определения растворителей методом ГХ-МС и ГХ-ПВД

Растворитель	Разбавление	Коэффициент разбавления
2-(2-бутоксизтокси)этилацетат	1 мл в 150 мл дихлорметана	150
Бутилгликолят	1 мл в 10 мл дихлорметана	10
Капролактама	1 мл в 250 мл дихлорметана	250
2-Метилпентан-2,4-диол	1 мл в 150 мл дихлорметана	150
Пропан-1,2-диол	1 мл в 20 мл дихлорметана	20

10.5.7.5 Подготовка образцов для определения пропан-1,2-диола с применением ГХ-ПВД

Для определения пропан-1,2-диола требуется раствор образца, приготовленный по 10.5.7.2 и при необходимости дополнительно разбавленный дихлорметаном или метанолом для получения концентрации аналита в пределах градуировочного диапазона. Значения коэффициента разбавления приведены в таблице 56. Пипеткой помещают 1 мл разбавленного раствора образца в виалу с обжимной крышкой для анализа методом ГХ-ПВД.

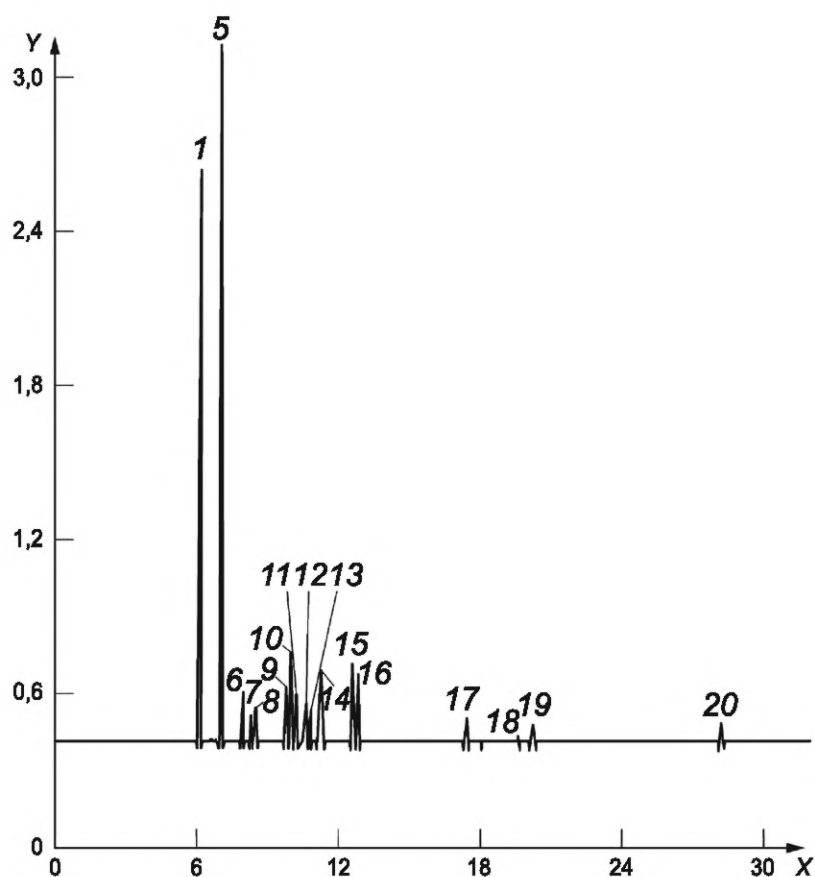
10.5.8 Методика измерения

10.5.8.1 Идентификация растворителей с применением ПФ-ГХ-ПВД

Для идентификации растворителей в *красках и лаках на водной основе* строят график градуировки по двум точкам с растворами, приготовленными по 10.5.5.4.2.

Для идентификации растворителей в *красках и лаках на основе растворителей* строят график градуировки по двум точкам с растворами, приготовленными по 10.5.5.4.3.

Выполняют анализ градуировочных растворов методом ПФ-ГХ-ПВД с соблюдением требований по 10.5.4.13. Порядок элюирования растворителей на хроматограмме при использовании поляризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 0,50 мкм (ZB-WAX) представлен на рисунке 3 и в таблице 57.



Y — отклик;
X — время, мин

Рисунок 1 — Хроматограмма смеси органических растворителей по методу ПФ-ГХ-ПИД с использованием поляризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 0,50 мкм (ZB-WAX)

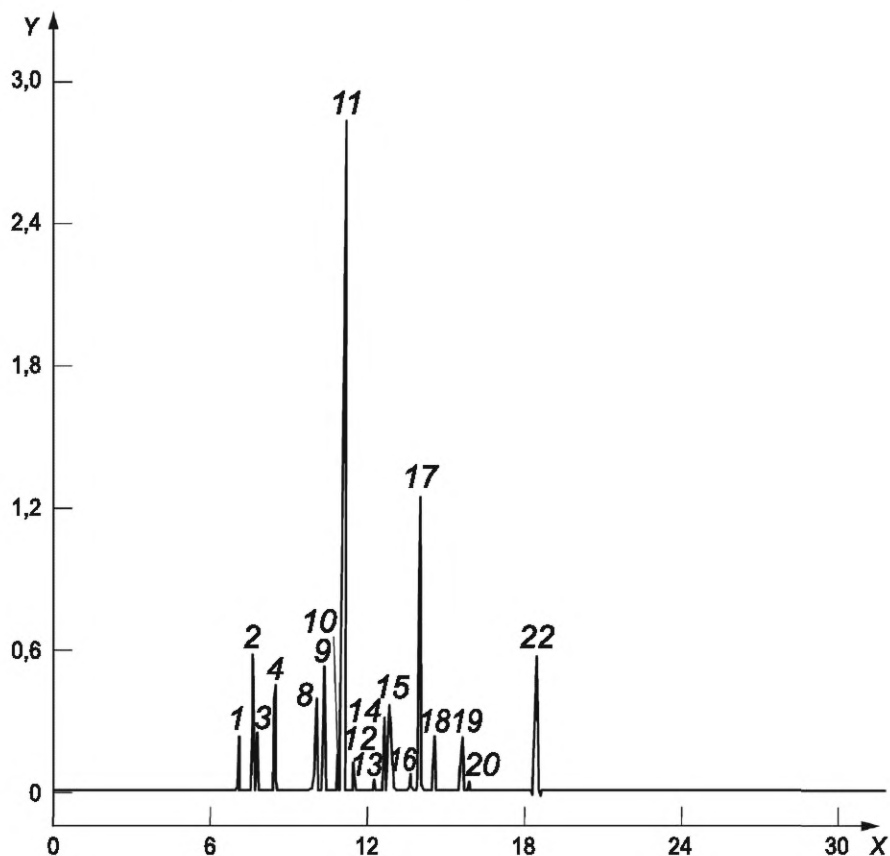
Таблица 57 — Типовые значения времени удержания для растворителей при использовании поляризованной колонки (ZB-WAX)

Пик	Растворитель	Время удержания, мин	Пик	Растворитель	Время удержания, мин
1	<i>n</i> -Гексан	6,18	13	Этанол	11,0
5	Циклогексан	7,07	14	3-метилбутан-2-он	11,1
6	1,1-Диметоксиэтан	7,93	15	Пропилацетат	12,5
7	Ацетон	8,28	16	Пентан-3-он	12,7
8	Метилацетат	8,50	17	2-Метилпропан-1-ол	17,3
9	Этилацетат	9,75	18	1-Метоксипропан-2-ол	19,5
10	Изопропилацетат	10,0	19	Бутан-1-ол	20,1
11	Бутан-2-он	10,2	20	Диметилформамид	28,1
12	Пропан-2-ол	10,7			

Выполняют анализ образца в вials для парофазного анализа, приготовленного по 10.5.7.2, методом ПФ-ГХ-ПИД в условиях, идентичных для градуировочных растворов. Для обеспечения идентификации растворителей или любых иных соединений проводят сравнение хроматограммы образца с

хроматограммами известных стандартных образцов. Подтверждение идентичности растворителя осуществляют по результатам сравнения времени удержания, полученным на альтернативной неполяризованной колонке (ZB-1).

Порядок элюирования растворителей по хроматограмме при использовании неполяризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 1,00 мкм (ZB-1) представлен на рисунке 2 и в таблице 58.



Y — отклик;
X — время, мин

Рисунок 2 — Хроматограмма смеси органических растворителей, полученная методом ПФ-ГХ-ПВД с использованием неполяризованной колонки 60 м × 0,32 мм × 1,00 мкм (ZB-1)

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

Пик	Растворитель	Время удержания, мин	Пик	Растворитель	Время удержания, мин
1	Этанол	7,10	11	<i>n</i> -Гексан	11,1
2	Ацетон	7,60	12	2-Метилпропан-1-ол	11,5
3	Пропан-2-ол	7,77	14	3-Метилбутан-2-он	12,8
4	Метилацетат	8,45	15	Бутан-1-ол	13,0
8	Бутан-2-он	10,1	15	Изопропилацетат	13,0
9	1,1-Диметоксиэтан	10,4	16	1-Метоксипропан-2-ол	13,7
10	Этилацетат	10,9	17	Циклогексан	14,1

Окончание таблицы 58

Пик	Растворитель	Время удержания, мин	Пик	Растворитель	Время удержания, мин
18	Пентан-3-он	14,6	22	Диметилформамид	18,4
19	Пропилацетат	15,6			

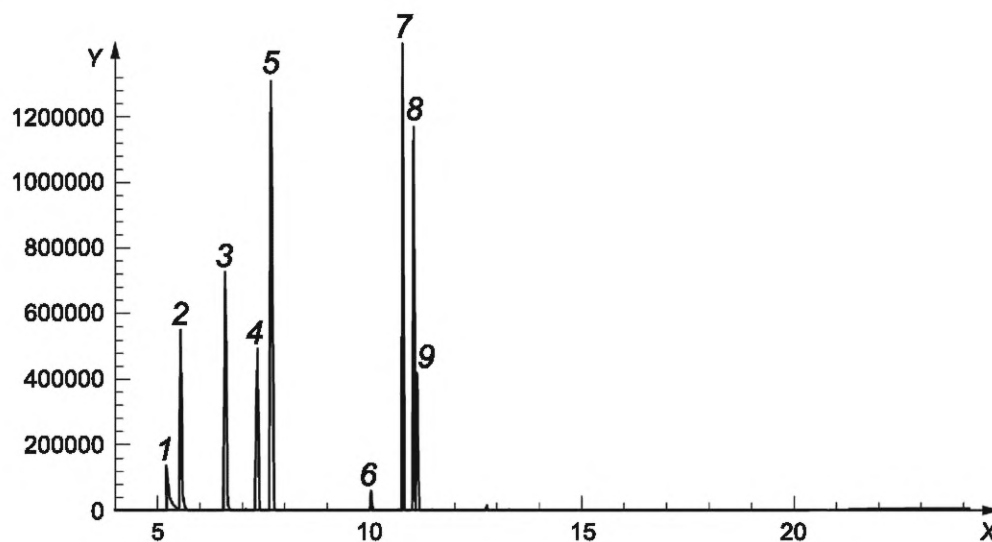
Примечание — Разделение бутан-1-ола и 1-метилэтил ацетата при анализе на неполяризованной колонке невозможно в одном и том же растворе.

Подтверждение времени удержания и порядка элюирования может быть обеспечено отдельной подготовкой и непосредственным анализом маточного стандартного раствора концентрацией 250 мг/мл (см. 10.5.5.1).

10.5.8.2 Идентификация растворителей с использованием ГХ-МС

Выполняют анализ каждого набора градуировочных растворов (а и б), приготовленных по 10.5.5.4.5, методом ГХ-МС с соблюдением условий по 10.5.4.12 и строят график градуировки по двум точкам.

Порядок элюирования для отдельных растворителей на хроматограмме приведен на рисунке 3 и в таблице 59. Для идентификации фракций нефти (диапазон кипения от 35 °С до 160 °С) используют колонку 60 м.



Y — отклик;
X — время, мин

Рисунок 3 — Хроматограмма. Полная ионная хроматограмма смеси органических растворителей, полученная методом ГХ-МСД

Таблица 59 — Характерные значения времени удерживания для отдельных растворителей, анализируемых методом ГХ-МС

Пик	Растворители	Время удержания, мин	Ион, масса/заряд
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

Окончание таблицы 59

Пик	Растворители	Время удержания, мин	Ион, масса/заряд
5	3-Метоксибутил ацетат	7,70	43/59
6	Бутилгликолят	10,0	57
7	2-(2-бутоксизтокси)этилацетат	10,8	48/87/57
8	Триацетат глицерина	11,0	53
9	Капролактан	11,2	113/55/85

Выполняют анализ образца в вialsе, приготовленного по 10.5.7.3, методом ГХ-МС в условиях, идентичных условиям для градуировочных растворов. Для обеспечения идентификации растворителей или любых других соединений проводят сравнение хроматограммы образца с хроматограммами известных стандартных образцов.

10.5.8.3 Определение содержания растворителя методом ПФ-ГХ-ПВД

Для каждого растворителя, идентифицированного по 10.5.8.1 и подлежащего количественному определению методом ПФ-ГХ-ПВД, выполняют анализ градуировочных растворов, приготовленных по 10.5.5.4.5, с соблюдением условий по 10.5.4.11. Для каждого идентифицированного растворителя строят график градуировки по пяти точкам, устанавливающий зависимость отклика от концентрации растворителя, мг/вialsа.

Выполняют анализ образца в вialsе для парофазного анализа, приготовленного по 10.5.7.2, методом ПФ-ГХ-ПВД в условиях, идентичных условиям для градуировочных растворов. По градуировочному графику определяют концентрацию растворителя в вialsе с образцом, мг/вialsа, и рассчитывают его процентное содержание в образце по формуле (9).

10.5.8.4 Определение содержания растворителя методом ГХ-МС

Для каждого растворителя, идентифицированного по 10.5.8.2 и подлежащего количественному определению методом ГХ-МС, выполняют анализ градуировочных растворов, приготовленных по 10.5.5.4.5, с соблюдением условий по 10.5.4.12. Для каждого идентифицированного растворителя строят график градуировки по пяти точкам, устанавливающий зависимость отклика от концентрации растворителя, мг/мл.

Выполняют анализ разбавленного раствора(ов) образца, приготовленного по 10.5.7.4, методом ГХ-МС в условиях, идентичных условиям для градуировочных растворов. По градуировочному графику определяют концентрацию растворителя в разбавленном растворе образца, мг/мл, и рассчитывают его процентное содержание в образце по формуле (10).

10.5.8.5 Определение пропан-1,2-диола методом ГХ-ПВД

Примечание — Количественное определение пропан-1,2-диола не представляется возможным на неполяризованной колонке в условиях ГХ-МС, указанных в 10.5.4.12, ввиду эффектов размывания хроматограммы.

Выполняют анализ градуировочных растворов, приготовленных по 10.5.5.4.7, методом ГХ-ПВД с соблюдением условий по 10.5.4.13, затем строят график градуировки по пяти точкам, устанавливающий зависимость отклика от концентрации растворителя.

Время удержания пропан-1,2-диола в указанных условиях обычно составляет 16,5 мин.

Выполняют анализ разбавленного раствора образца, приготовленного по 10.5.7.5, методом ГХ-ПВД в условиях, идентичных условиям для градуировочных растворов. По градуировочному графику определяют концентрацию пропан-1,2-диола в разбавленном растворе образца, мг/мл, и рассчитывают его процентное содержание в образце по формуле (10).

10.5.8.6 Холостое определение

10.5.8.6.1 Холостое определение с использованием ПФ-ГХ-ПВД

Для каждого испытания выполняют анализ раствора холостой пробы, приготовленного по 10.5.7.2, методом ПФ-ГХ-ПВД с пропуском пробы, с соблюдением условий по 10.5.4.11.

10.5.8.6.2 Холостое определение с использованием ГХ-МС и ГХ-ПВД

Для каждого испытания выполняют анализ раствора холостой пробы, приготовленного по 10.5.7.3, методом ГХ-МС или ГХ-ПВД с пропуском пробы, с соблюдением условий по 10.5.4.12 или 10.5.4.13 соответственно.

10.5.9 Оценка результатов

10.5.9.1 Расчет содержания растворителя, определяемого методом ПФ-ГХ-ПВД

Концентрация каждого растворителя, мг/мл, в растворе образца интерполируют непосредственно по графику, содержание, % (по массе), которого в образце рассчитывают по формуле

$$M_{\text{sol}} = \frac{W_s}{W \times 10}, \quad (9)$$

где M_{sol} — содержание растворителя, % (по массе);

W_s — масса растворителя, мг;

W — масса образца, г.

10.5.9.2 Расчет содержания растворителя, определяемого методом ГХ-МС или ГХ-ПВД

Концентрация каждого растворителя, мг/мл, в растворе образца интерполируется непосредственно по графику, содержание, % (по массе), по массе которого в образце рассчитывают по формуле

$$M_{\text{sol}} = \frac{W_s \times f}{W \times 0,5}, \quad (10)$$

где M_{sol} — содержание растворителя, % (по массе);

W_s — масса растворителя, мг;

W — масса образца, г.

f — коэффициент разбавления.

10.5.10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) тип и обозначение испытуемого продукта и (или) вещества;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытаний, а именно:

1) наименование идентифицированного растворителя и метод его идентификации — ПФ-ГХ-ПВД/ГХ-МС/ГХ-ПВД;

2) содержание каждого идентифицированного растворителя, % (по массе);

3) общее содержание растворителей как сумму содержания отдельных растворителей, % (по массе);

d) любые отступления от методики испытания;

e) дату проведения испытания.

10.6 Комбинированный подход к определению пластификаторов в клеях на основе растворителей и в красках и лаках на основе растворителей, пленкообразующих агентов в красках и лаках и модификаторов в красках и лаках на основе растворителей

10.6.1 Сущность метода

Данный метод описывает методику количественной оценки различных пластификаторов, пленкообразующих агентов и модификаторов в клеях на основе растворителей и в красках и лаках на основе растворителей.

Образец подвергают экстракции диэтиловым эфиром и определяют общее количество экстракта гравиметрическим методом. Содержание пластификаторов в этом экстракте исследуют по 10.2 (определение пластификаторов в наборах, включающих формирующиеся массы на основе пластифицированного поливинилхлорида (ПВХ), предназначенных для последующего обжига). Наличие пленкообразующих агентов устанавливают средствами газовой хроматографии с использованием масс-селективного детектора. Содержание модификаторов рассчитывают как разность между общим количеством экстракта и количеством пластификаторов и пленкообразующих агентов.

Для идентификации нитроцеллюлозы в красках и лаках на основе растворителей используют средства ИК-спектроскопии.

Требования к протоколу испытаний по 10.6.7.

10.6.2 Определение общего количества экстракта

10.6.2.1 Стандартные образцы и реактивы

10.6.2.1.1 Стандартные образцы

Отсутствуют.

10.6.2.1.2 Реактивы

Таблица 60 — Реактивы

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

10.6.2.2 Оборудование

10.6.2.2.1 **Центрифуга**, способная работать при ускорении не менее $1900 g^*$.

10.6.2.2.2 **Ультразвуковая ванна или шейкер**.

10.6.2.2.3 **Роторный испаритель**.

10.6.2.2.4 **Печь**, способная поддерживать температуру $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

10.6.2.2.5 **Аналитические весы** с дискретностью взвешивания 0,1 мг.

10.6.2.2.6 **Колбы вместимостью 50 мл с плоским дном и стеклянной притертой пробкой**.

10.6.2.2.7 **Стеклянная мерная посуда общего назначения**.

10.6.2.2.8 **Сушильный шкаф**.

10.6.2.2.9 **Пробирки для центрифуги** вместимостью не менее 30 мл с пробками.

10.6.2.3 Отбор образцов

Часть образца для анализа отбирают из первичной упаковки.

10.6.2.4 Подготовка образца

Перед экстрагированием образец краски или лака приводят в однородное состояние, размешивая стеклянной палочкой или лопаткой. Анализ клеев выполняют без предварительной обработки.

10.6.2.5 Методика измерения

Отвешивают $(1,0 \pm 0,1)$ г образца для анализа с погрешностью до 0,001 г в пробирку для центрифуги, добавляют небольшое количество песка и 10 мл диэтилового эфира. Пробирку укупоривают и помещают в ультразвуковую ванну на 15 мин.

Вместо ультразвуковой ванны допускается использовать альтернативные методы экстрагирования.

Центрифугируют пробирку в течение 5 мин и переносят отделившуюся жидкость во вторую пробирку для центрифуги, содержащую 10 мл метанола. Если в течение нескольких минут в ней образуется осадок, отделяют его центрифугированием. Сливают отделившуюся жидкость в колбу вместимостью 50 мл со стеклянной притертой пробкой, предварительно взвешенную, затем выпаривают до сухого состояния в роторном испарителе. Высушивают колбу в печи при температуре $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$. После высушивания в печи оставляют колбу в сушильном шкафу для постепенного охлаждения. Взвешивают ее повторно и определяют количество полученного остатка.

Восстанавливают остаток в 50 мл диэтилового эфира.

Используют полученный раствор для определения пластификаторов и пленкообразующих агентов.

10.6.2.6 Оценка результатов

Содержание остатка в образце рассчитывают по формуле

$$M_r = \frac{W_r \times 100}{1000 \times W}, \quad (11)$$

где M_r — содержание экстрагируемого вещества, % (по массе);

W_r — масса остатка, мг;

W — масса образца, г.

10.6.3 Идентификация нитроцеллюлозы**10.6.3.1 Сущность метода**

Для идентификации нитроцеллюлозы в красках и лаках на основе растворителей используют средства ИК-спектроскопии.

* $1 g \approx 10 m/c^2$.

10.6.3.2 Реактивы

Таблица 61 — Реактивы

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

10.6.3.3 Оборудование

10.6.3.3.1 Печь, способная поддерживать температуру $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

10.6.3.3.2 Пресс для приготовления гранул бромида калия.

10.6.3.3.3 Инфракрасный спектрометр с преобразованием Фурье (ФПИК-спектрометр) с элементом нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).

Диапазон измерений — от 4000 до 400 см^{-1} .

Количество скоростей сканирования — 32.

Держатель гранул для измерений в режиме пропускания.

Элемент НПВО для измерений в режиме отражения.

10.6.3.4 Отбор образцов

По 10.6.2.3.

10.6.3.5 Подготовка образцов

Перед экстрагированием образец краски или лака приводят в однородное состояние, размешивая стеклянной палочкой или лопаткой.

10.6.3.6 Методика измерения

Высушивают образец краски на основе растворителей в печи при температуре $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Полученный остаток используют для ИК-анализа.

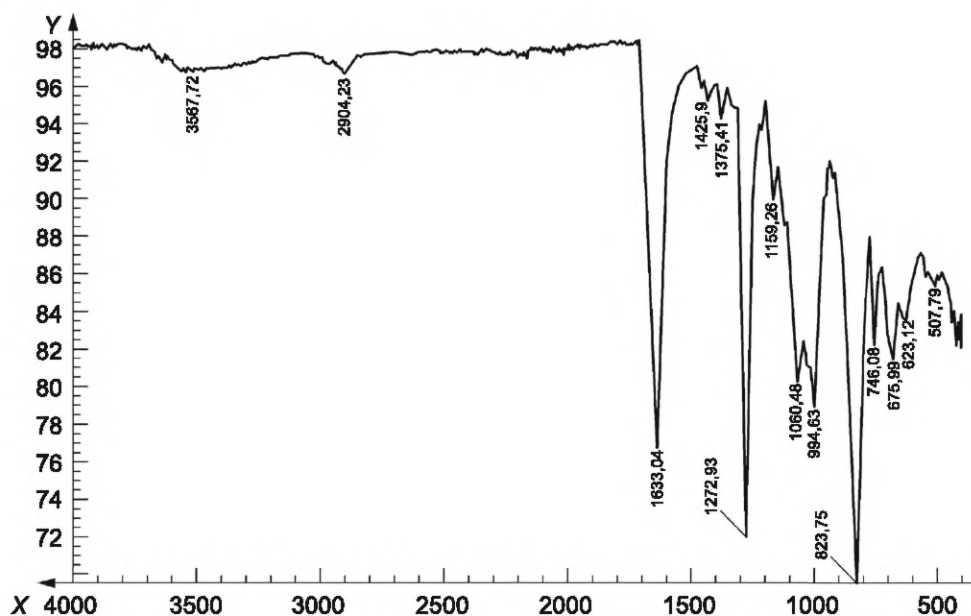
Уплотняют сухой остаток на окошке НПВО-модуля ФПИК-спектрометра.

Примечание — Идентификацию допускается выполнять в режиме пропускания.

10.6.3.7 Оценка результатов

Сравнивают ИК-спектр нитроцеллюлозы, представленный на рисунке 6, с соответствующими показателями, полученными для образца.

Нитроцеллюлоза 12 масс, % N



Y — коэффициент отражения, %;

X — волновое число (см^{-1})

Рисунок 4 — ИК-спектр нитроцеллюлозы в режиме отражения, полученный на основе преобразования Фурье

10.6.4 Определение пластификаторов**10.6.4.1 Сущность метода**

Определение пластификаторов осуществляют методом ГХ-МС по 10.2.

Примечание — Если количество остатка, полученного по 10.6.2, меньше 3 %, выполнять определение пластификаторов не требуется. В присутствии нитроцеллюлозы определение пластификаторов не выполняют, если количество остатка, полученного по 10.6.2, меньше 5 %.

10.6.4.2 Стандартные вещества и реактивы

По 10.2.2.

10.6.4.3 Оборудование

По 10.2.3.

10.6.4.4 Приготовление стандартных растворов

По 10.2.4.

10.6.4.5 Методика измерения

В мерную колбу вместимостью 20 мл добавляют 5 мл раствора остатка, полученного экстрагированием по 10.6.2.5, и доводят объем до метки гексаном.

Готовят (при необходимости) следующее разбавление раствора, добавляя гексан, таким образом, чтобы конечная концентрация раствора находилась в пределах линейного диапазона градуировки соответствующего пластификатора.

Перемещают часть этих растворов в виалу с пробкой для анализа ГХ-МС.

Определяют содержание пластификаторов по 10.2.7.6 и 10.2.7.7.

10.6.4.6 Оценка результатов

Содержание пластификатора в образце рассчитывают по формуле

$$M_p = \frac{C_p \times 20 \text{ (ml)} \times 10}{W \times 10\,000} \times f, \quad (12)$$

где M_p — содержание пластификаторов в образце, % (по массе);

C_p — концентрация содержания пластификаторов в растворе образца, мкг/мл;

W — масса образца в г;

f — коэффициент разбавления.

10.6.5 Определение пленкообразующих агентов**10.6.5.1 Сущность метода**

Пленкообразующие агенты определяют по методу ГХ-МС в экстракте по 10.6.2.5.

10.6.5.2 Стандартные образцы и реактивы**10.6.5.2.1 Стандартные образцы**

Таблица 62 — Вещества, применяемые для идентификации и определения пленкообразующих агентов

	Химическое вещество	Номер CAS
1	Метилтридеcanoат	1731-88-0
2	Метилундеcanoат	1731-86-8
3	Метиллаурат	111-82-0
4	Этилкапрат	110-38-3
5	Додeciлацетат	112-66-3
6	Этилундец-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 — торговое наименование.		

10.6.5.2.2 Реактивы

Таблица 63 — Реактивы

Химическое вещество	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 реактива: раствор 0,5 М калия гидрокарбоната в метаноле.	

10.6.5.3 Оборудование10.6.5.3.1 **Стеклянная мерная посуда общего назначения.**10.6.5.3.2 **Аналитические весы.**10.6.5.3.3 **Печь**, способная поддерживать температуру $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$.10.6.5.3.4 **Газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС).**10.6.5.3.4.1 **Условия газохроматографического анализа химических веществ 1—9 таблицы 56.**

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

Газ-носитель — гелий.

Температура инжектора — 250 °С.

Тип впрыска — без деления потока.

Объем впрыска — 1 мкл.

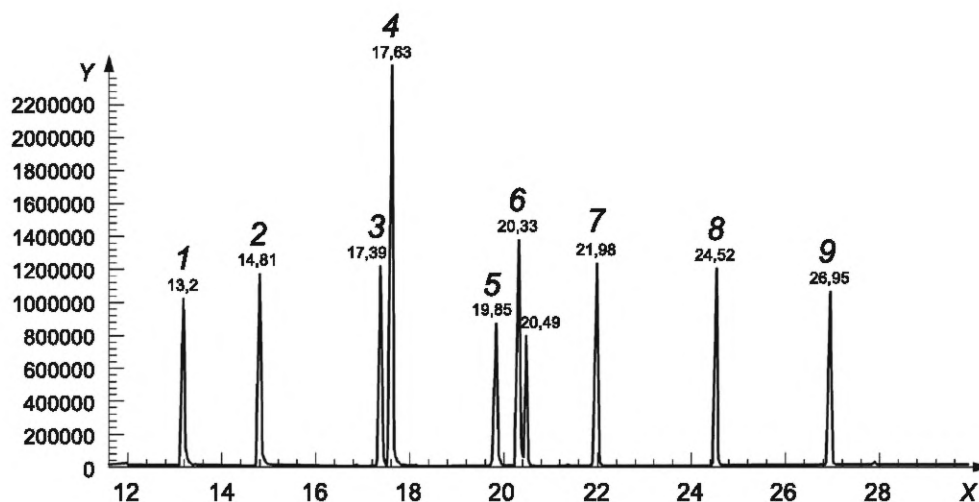
Температура инжектора — 320 °С.

Программа работы термостата:

Таблица 64 — Программа работы термостата для определения пленкообразующих агентов

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	40	5	5	260	11

На рисунке 5 представлены типовые хроматограммы пленкообразующих агентов.



Y — отклик;
X — время, мин

Рисунок 5 — Хроматограмма пленкообразующих химических веществ 1—9

10.6.5.3.4.2 Условия газохроматографического анализа Luwax E

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

Газ-носитель — гелий.

Температура инжектора — 250 °С.

Тип впрыска — без деления потока.

Объем впрыска — 1 мкл.

Температура инжектора — 320 °С.

Программа работы термостата:

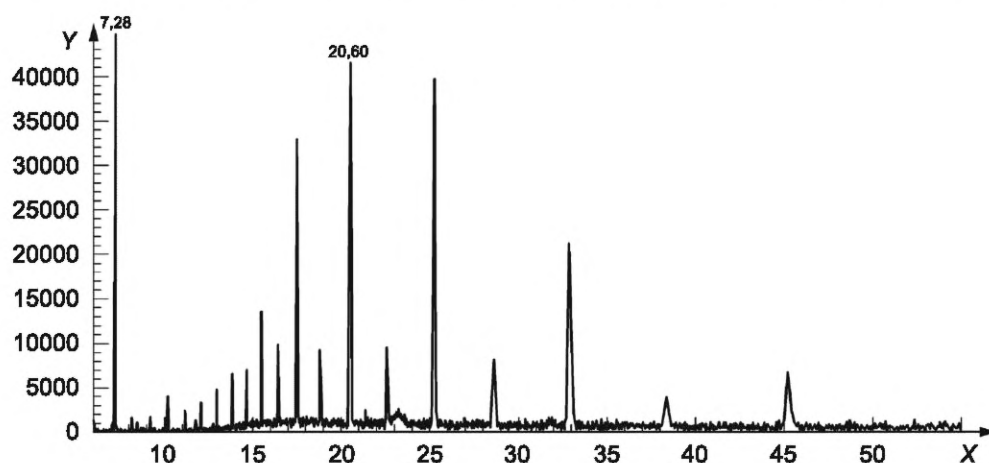
Т а б л и ц а 65 — Программа работы термостата для определения Luwax E

Программа подъема температуры	Начальная температура, °С	Время выдержки начальной температуры, мин	Скорость, °С/мин	Конечная температура, °С	Время выдержки конечной температуры, мин
1	100	1	10	240	40

Т а б л и ц а 66 — Массовые числа веществ для режима мониторинга выделенных ионов (SIM)

Анализируемое вещество	Масса/заряд
Метилтридеcanoат	74, 87, 143, 185
Метилундеcanoат	55, 74, 87
Метиллаурат	74, 87
Этилкапрат	88, 101, 155
Додецилацетат	83, 97, 98, 111
Этилундец-10-эноат	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 6 представлены типовые хроматограммы пленкообразующих агентов.



Y — отклик;
X — время, мин

Рисунок 6 — Хроматограмма пленкообразующего агента Luwax E

10.6.5.4 Приготовление стандартных растворов

10.6.5.4.1 Маточные растворы

Готовят маточные растворы всех пленкообразующих агентов химических веществ 1—9 по таблице 62, растворив 200 мг каждого вещества в 100 мл диэтилового эфира ($c = 2000$ мг/л).

Готовят маточный раствор Luwax E, растворив 50 мг вещества в 10 мл раствора 0,5 М калия гидрокарбоната в метаноле ($c = 5$ мкг/мл).

10.6.5.4.2 Градуировочные растворы

10.6.5.4.2.1 Градуировочные растворы для химических веществ 1—9 по таблице 62

Для приготовления градуировочных растворов химических веществ 1—9, содержащих смесь компонентов из маточных растворов, в стеклянных мерных колбах вместимостью 100 мл используют пипетки. Добиваясь необходимой степени разбавления растворителем, доливают диэтиловый эфир до метки. В таблице 67 приведены значения концентрации каждого анализируемого вещества в градуировочном растворе.

Т а б л и ц а 67 — Градуировочные растворы химических веществ 1—9 по таблице 62

х мл маточного раствора/100 мл диэтилового эфира	Концентрация, мг/л
0,25	5
1	20
2,5	50
5	100
10	200

10.6.5.4.2.2 Градуировочные растворы для вещества 10 по таблице 62

Для приготовления градуировочных растворов Luwax E из маточного раствора в виалах вместимостью 20 мл используют пипетки, добиваясь необходимой степени разбавления растворителем.

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

Растворяют содержимое каждой виалы в 4 мл воды. После охлаждения при комнатной температуре добавляют 2 мл ди-изопропилового эфира и 200 мкл диметилсульфата. Укупоривают виалы

крышками и помещают в термостат или на водяную баню на 1 ч при температуре 65 °С. Встряхивают виалы каждые 5 мин.

Удаляют фазу эфира небольшой пипеткой и переносят в виалу меньшей вместимости для анализа методом ГХ-МС. В таблице 68 приведены значения концентрации Luwax E в градуировочных растворах.

Т а б л и ц а 68 — Градуировочные растворы Luwax E

х мкл маточного раствора/2 мл ди-изопропилового эфира	Концентрация, мг/л
50	125
100	250
200	500
500	1250
1000	2500

10.6.5.4.3 Стабильность стандартных растворов

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

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

10.6.5.5 Отбор образцов

По 10.6.2.3.

10.6.5.6 Методика измерения

Разбавляют 1 мл раствора остатка, полученного экстрагированием по 10.6.2.5, диэтиловым эфиром в мерной колбе вместимостью 100 мл.

Выполняют анализ раствора образца методом ГХ-МС в режиме полного сканирования (с соблюдением условий по 10.6.5.3.4). Выбирают характеристические массовые числа по каждому компоненту на основе спектра полного сканирования этих компонентов, чтобы с максимальной точностью выполнить их количественную оценку в режиме SIM (см. таблицу 66).

При выявлении пленкообразующего реагента оценку степени извлечения проводят методом стандартных добавок в следующем порядке.

Выполняют анализ двух частей образца. Первую часть образца подвергают непосредственному анализу, как описано выше. Анализ второй части образца выполняют с добавлением известного количества аналита (стандартного раствора) по 10.6.2.5 и 10.6.5.6.

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

10.6.5.7 Оценка результатов

Количество пленкообразующих агентов рассчитывают по площадям пиков отдельных компонентов исходя из графиков градуировки, построенных с использованием градуировочных растворов.

Рассчитывают степень извлечения с учетом концентрации аналита в двух анализируемых частях образца:

$$rec = \frac{C_{fa+std} - C_{fa}}{C_{std}} \times 100, \quad (13)$$

где rec — степень извлечения, % (по массе);

C_{fa+std} — концентрация пленкообразующего агента вместе со стандартным веществом, мг/л;

C_{fa} — концентрация пленкообразующего агента, мг/л;

C_{std} — концентрация добавленного стандартного раствора, мг/л.

Концентрацию пленкообразующих агентов в образце с поправкой на степень извлечения рассчитывают по формуле

$$M_{fa} = \frac{C_{fa} \times 2 \times 100}{1000 \times 1000 \times W} \times \frac{100}{rec}, \quad (14)$$

где M_{fa} — содержание пленкообразующих агентов, % (по массе);

C_{fa} — концентрация пленкообразующих агентов, мг/л;

W — масса образца, г;
 $гес$ — степень извлечения, % (по массе).

10.6.6 Определение модификаторов

Содержание модификаторов определяют исходя из содержания остатка, содержания пластификаторов и содержания пленкообразующих агентов, которые были вычислены по 10.6.2.6, 10.6.4.6 и 10.6.5.7.

Концентрацию модификаторов в клеях на основе растворителей рассчитывают по формуле

$$M_{m,sba} = r - M_p, \quad (15)$$

где $M_{m,sba}$ — содержание модификаторов в *клеях* на основе растворителей, % (по массе);
 r — содержание остатка, % (по массе);
 M_p — содержание пластификаторов, % (по массе).

Содержание модификаторов в *красках и лаках на основе растворителей* рассчитывают по формуле

$$M_{m,sbpl} = M_r - M_{fa} - M_p, \quad (16)$$

где $M_{m,sbpl}$ — содержание модификаторов в *красках и лаках на основе растворителей*, % (по массе);
 M_r — содержание остатка, % (по массе);
 M_{fa} — содержание пленкообразующих агентов, % (по массе);
 M_p — содержание пластификаторов, % (по массе).

10.6.7 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- a) тип и обозначение испытуемого материала и (или) вещества;
- b) ссылку на настоящий стандарт;
- c) результаты испытаний, а именно:
 - 1) перечень идентифицированных веществ;
 - 2) общее содержание пластификаторов, пленкообразующих агентов и модификаторов (по массе) с округлением до 0,1 %;
- d) любые отступления от методики испытания;
- e) дату проведения испытания.

**Приложение А
(обязательное)**

**Меры предосторожности для защиты окружающей среды, здоровья
и безопасности при аналитических методах измерений**

При подготовке настоящего стандарта особое внимание уделялось минимизации воздействия на окружающую среду при аналитических методах измерений.

Ответственность за использование надежных и безопасных способов обращения с веществами в соответствии с методами анализа, указанными в настоящем стандарте, лежит на химике-лаборанте.

Необходимо обращаться за консультациями к изготовителю для получения информации, включая просьбу о предоставлении паспортов безопасности на вещества и другие рекомендации.

Необходимо носить защитные очки и халаты во всех лабораторных помещениях.

Необходимо соблюдать осторожность при работе с токсичными и (или) канцерогенными веществами для человека.

Необходимо использовать вытяжной шкаф для приготовления растворов органических растворителей.

Растворители должны утилизироваться в соответствии с требованиями по охране окружающей среды.

**Приложение В
(справочное)**

Органические растворители

Т а б л и ц а В.1 — Максимальная концентрация разрешенных и ограниченных к применению органических растворителей в различных видах продукции и аналитические методы их определения

Растворитель	Клеи на водной основе	Клеи на основе растворителей	Краска или лак на водной основе	Краска или лак на основе растворителей	Разбавители и очистители на основе растворителей	Метод (ы) определения
Ацетон (диметилкетон)		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
Циклогексан		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
3-пентанон (диэтилкетон)		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
Этилацетат		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
Этанол (этиловый спирт)		Разрешен	10 % ^{a)}	Разрешен	Разрешен	ПФ-ГХ-ПИД
Изопропилацетат		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
Пропан-2-ол (изопропиловый спирт)		Разрешен	10 % ^{a)}	Разрешен	Разрешен	ПФ-ГХ-ПИД
Метилацетат		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
Бутан-2-он (метилэтилкетон)		Разрешен		Разрешен	Разрешен	ПФ-ГХ-ПИД
3-Метилбутан-2-он (метилизопропилкетон)		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
<i>n</i> -Бутилацетат		Разрешен				ГХ-МС
<i>n</i> -Пропилацетат		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
1-Метоксипропан-2-ол		20 %	10 % ^{a)}	≤20 %		ПФ-ГХ-ПИД
1,1-Диметоксиэтан		Разрешен				ПФ-ГХ-ПИД
Пропан-1,2-диол (пропиленгликоль)			10 % ^{a)}	Разрешен	Разрешен	ГХ-МС/ГХ-ПИД
2-Метилпентан-2,4-диол (гексиленгликоль)			10 % ^{a)}	Разрешен	Разрешен	ГХ-МС
2-Метилпропан-1-ол (изобутанол)				≤2 %		ПФ-ГХ-ПИД
Бутан-1-ол (<i>n</i> -бутанол)				≤2 %		ПФ-ГХ-ПИД
1-Метоксипроп-2-ил ацетат				Разрешен	Разрешен	ГХ-МС
3-Метоксибутил ацетат				Разрешен	Разрешен	ГХ-МС
<i>n</i> -Гексан ^{b)}		<0,5 %		<0,5 %	<0,5 %	ПФ-ГХ-ПИД
Фракция нефти (диапазон кипения от 35 °С до 160 °С)		Разрешен		Разрешен	Разрешен	ГХ-МС; EN ISO 2285-4
Углеводороды C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные		Разрешен		Разрешен	Разрешен	ГХ-МС
Бутилгликолят (бутилгидроксиацетат)	≤3 %	≤3 %				ГХ-МС

Окончание таблицы В.1

Растворитель	Клеи на водной основе	Клеи на основе растворителей	Краска или лак на водной основе	Краска или лак на основе растворителей	Разбавители и очистители на основе растворителей	Метод (ы) определения
Капролактан	≤5 %	≤5 %				ГХ-МС
2-(2-бутоксизтокси) этилацетат	≤3 %	≤3 %				ГХ-МС
Триацетат глицерина				Разрешен	Разрешен	ГХ-МС
<p>а) Общее содержание органических растворителей и пленкообразующих агентов не должно превышать 10 %.</p> <p>б) <i>n</i>-Гексан может присутствовать в этих растворителях только в качестве примесей в составе нефтяных фракций.</p>						

Приложение С
(справочное)

Валидация методов испытаний

Методы испытаний, приведенные в настоящем стандарте, разработаны и прошли валидацию с использованием протокола сравнительного исследования, основанного на протоколе, который используется Ассоциацией химиков-аналитиков, состоящих на государственной службе (АОАС). Данные валидации, полученные в процессе разработки методов, удовлетворяли допустимым пределам повторяемости, как следует из статистических экспериментальных значений, полученных Горвицем [11].

Система сравнительных исследований охватывает ограниченный диапазон образцов, матриц и оборудования, используемых лабораториями-участницами. Следствием применения такого подхода является отсутствие данных широких лабораторных испытаний, которые могли бы быть использованы для целей валидации.

Приложение D
(справочное)**Обоснование****D.1 Общие замечания**

Определение «*химическая игрушка*» приведено в Директиве 2009/48/ЕС*. Требования безопасности *химических игрушек* установлены преимущественно в EN 71-4 и настоящем стандарте.

Настоящий стандарт устанавливает требования и методы испытаний *химических игрушек* с учетом того обстоятельства, что игра с химическими веществами и смесями предполагает воплощение пользователем его творческих и художественных идей, а не простое следование инструкции по применению.

Широкое разнообразие *химических игрушек* согласно настоящему стандарту отражено также в разнообразии предъявляемых требований, связанных с природой неорганических и органических веществ и смесей. Одновременно настоящий стандарт устанавливает требования по безопасному обращению с химическими веществами и смесями, предусматривая при необходимости использование вспомогательных комплектующих и средств защиты, и обеспечивает практическое применение предупреждающих требований Директивы 2009/48/ЕС. Одним из ключевых аспектов безопасного обращения с химическими веществами и смесями является наличие соответствующей предупредительной информации, размещение на упаковке инструкции по применению и правил техники безопасности, а также требований по оказанию первой помощи для каждого вида подобных игрушек. Только согласованное применение всех этих требований обеспечивает безопасную игру с *химическими игрушками* под непосредственным наблюдением взрослого.

Общие и конкретные требования к таким веществам, как исходные вещества, пластификаторы, консерванты, растворители, а также побочные продукты реакции, определяются путем проведения испытаний данных веществ и смесей.

D.2 Потребительская упаковка (см. 4.1, 5.2, 6.1.2, 6.2.2, 7.2.1.2.2, 7.2.2.6, 7.3.2, 7.4.3, 8.2)

Потребительская упаковка должна быть представлена в пунктах продажи. В зависимости от особенностей предлагаемого набора несколько предметов могут поставляться в общей потребительской упаковке. Некоторые предметы могут поставляться в первичной упаковке, с использованием подходящих упаковочных материалов (например, в обертках или в специальных емкостях).

D.3 Минимальный возраст (см. 4.1, 5.2, 6.1.2, 6.2.3, 7.2.1.2.3, 7.2.1.3.3, 7.2.2.6, 7.3.3, 7.4.3)

Минимальный возраст пользователей, для которых предназначена игрушка, указан в соответствующих пунктах настоящего стандарта. При установлении минимального возраста учитывались не только опасности, обусловленные особенностями *химической игрушки*. Принимались во внимание также интеллектуальные способности и моторная деятельность предполагаемых пользователей, которые должны быть достаточными для безопасного применения *химической игрушки*. Предполагаемые пользователи должны быть в состоянии следовать инструкции по применению, понимать требуемые меры предосторожности, а также должны быть способны правильно построить, украсить или собрать соответствующую игрушку.

D.4 Бензол (см. 5.1 (таблица 2), 7.2.2.4 (таблица 11), 7.4.1 (таблица 15))

Игрушки или их составляющие не должны содержать бензол в свободном состоянии в концентрации, превышающей 5 мг/кг ([6] (приложение XVII № 5)).

Бензол не должен содержаться в формулируемых массах на основе пластифицированного ПВХ, предназначенных для последующего обжига. Однако он может образовываться в процессе их нагрева, а следовательно, при нагревании таких формулируемых масс могут наблюдаться выбросы бензола. Соответственно предельное количество бензола, указанное в таблице 1, установлено для вероятных выбросов бензола в процессе нагрева в дополнение к предельным значениям, приведенным в [8].

D.5 Консерванты (см. 6.2.1, 7.2.1.1, 7.3.1)

В *химических игрушках* должны применяться только консерванты, допущенные к использованию в пищевой и парфюмерно-косметической продукции. В целях безопасности действующие требования должны учитывать человеческие факторы, такие как проглатывание веществ, содержащих консерванты, или их длительный контакт с кожей. *Химические игрушки*, соответствующие настоящему стандарту, не предназначены для проглатывания или длительного контакта с кожей, что обеспечивает высокий уровень безопасности потребителей.

* Здесь и далее соответствующий данной директиве ЕС документ, действующий на территории ЕАЭС, указан в приложении ДБ.

Приложение Е
(справочное)

Существенные технические отличия настоящего стандарта от предыдущей редакции

Раздел/абзац/таблица/рисунок	Изменение
3	Термин «керамические материалы и эмали для стеклования, поставляемые в наборах для оборудования художественных мини-мастерских» с определением (бывший 3.4) был исключен, а последующие термины соответствующим образом перенумерованы
Бывший раздел 5	Требования «к керамическим материалам и эмали для стеклования, поставляемым в наборах для оборудования художественных мини-мастерских» исключены
5 (бывший раздел 6)	Химическое вещество «эфирь фталевой кислоты и алифатических спиртов линейной цепи (C ₆ и более, исключая C ₈) и смеси этих эфиров» удалено из таблицы 1 (бывшая таблица 2)
7 (бывший раздел 8)	Химическое вещество «поливинилпирролидоновые гомо- и сополимеры» было добавлено в таблицу 4 (бывшая таблица 5)
7 (бывший раздел 8)	Химические вещества «акриловые гомо- и сополимеры», «гидрофильный полиуретан, не содержащий свободных групп изоцианата и ароматических ламинированных соединений», «полимерные и сополимерные соединения мономеров, разрешенные к использованию в составе материалов, контактирующих с пищевыми продуктами», «поливиниловые гомо- и сополимеры», «поли(виниловый спирт)», «декстрин» и «крахмал или модифицированный крахмал» были добавлены в таблицу 7 (бывшую таблицу 8)
7 (бывший раздел 8)	Химические вещества «фракция нефти от 60 °С до 140 °С» и «фракция нефти от 135 °С до 210 °С» были заменены на «фракция нефти от 35 °С до 160 °С» и «углеводороды, C ₉ —C ₁₆ , гидроочищенные, деароматизированные» в таблицах 11 и 15 (бывшие таблицы 12 и 16)
10	Удалено описание методов испытаний для «керамических материалов и эмалей для стеклования, поставляемых в наборах для оборудования художественных мини-мастерских» (бывший 11.2), а также упоминание об эфирах фталевой кислоты
Приложение С	Удалено приложение С «Максимально допустимые концентрации элементов для соединений, разрешенных к использованию в керамических материалах и эмалях для стеклования»
Приложение D (бывшее приложение E)	Удалено обоснование для контроля использования «фталатов» (бывший E.4)
Библиография	Удалены директивы 67/548/ЕЕС, 1999/45/ЕС и 76/768/ЕЕС; добавлен регламент (ЕС) № 1223/2009
<p>Примечание — Упомянутые выше технические отличия отражают наиболее существенные изменения технического характера, принятые в пересмотренной редакции стандарта, тем не менее они не представляют собой исчерпывающий список изменений, которые были внесены в него, по сравнению с предыдущей редакцией.</p>	

**Приложение ZA
(справочное)**

**Взаимосвязь между европейским стандартом
и существенными требованиями директивы ЕС 2009/48/ЕС**

Европейский стандарт, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, разработан Европейским комитетом по стандартизации (CEN) по поручению Европейской комиссии и Европейской ассоциации свободной торговли, чтобы обеспечить выполнение существенных требований Директивы 2009/48/ЕС Европейского парламента и Совета от 18 июня 2009 г. по безопасности игрушек.

Европейский стандарт EN 71-5:2015 размещен в Официальном журнале Европейского сообщества как взаимосвязанный с данной директивой и применен как национальный стандарт не менее чем в одной стране – члене ЕС. Соответствие требованиям настоящего стандарта, указанным в таблице ZA.1, обеспечивает в пределах области его применения презумпцию соответствия существенным требованиям данной директивы и соответствующих регламентирующих документов EFTA.

Т а б л и ц а ZA.1 — Соответствие требований настоящего стандарта и Директивы 2009/48/ЕС

Раздел(ы)/подраздел(ы) настоящего стандарта	Существенные требования безопасности Директивы 2009/48/ЕС (приложение II) [10]	Заметки/примечания
Разделы 4, 5, 6, 7	II. 2, 3, 4	
8.3	II.2	
Разделы 4, 5, 6, 7	III.1	
Разделы 4, 5, 6, 7	III.3 и 11	
Раздел(ы)/подраздел(ы) EN 71-5:2015	Существенные требования Директивы ЕС 2009/48/ЕС [10]	
Разделы 4, 5, 6, 7	Статья 11.2	
Разделы 4, 5, 6, 7	Приложение V, В.4	

Внимание! К продукции, рассматриваемой в рамках европейского стандарта, могут применяться другие требования и директивы ЕС.

Приложение ДА
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных европейских и международного стандартов
межгосударственным стандартам**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного европейского (международного) стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
EN ISO 3104	—	*
EN ISO 3219	—	**
ISO 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля (ISO 3696:1987)»
EN ISO 22854	—	***
<p>* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его применения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского стандарта. Информация о наличии перевода европейского стандарта — в Национальном фонде ТНПА. На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 3104—2003 (ISO 3104:1994, IDT).</p> <p>** Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его применения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского стандарта. Информация о наличии перевода европейского стандарта — в Национальном фонде ТНПА.</p> <p>*** Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его применения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного европейского стандарта. Информация о наличии перевода европейского стандарта — в Национальном фонде ТНПА. Действует ГОСТ ISO 22854—2015 (ISO 22854:2014, IDT).</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT — идентичный стандарт.</p>		

**Приложение ДБ
(справочное)**

Сведения о соответствии ссылочных документов, указанных в библиографии настоящего стандарта, документам, действующим на территории ЕАЭС

Таблица ДБ.1

№	Ссылочный документ, указанный в библиографии настоящего стандарта	Документ, действующий на территории ЕАЭС
[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)	ГОСТ EN 71-4—2014 «Игрушки. Требования безопасности. Часть 4. Наборы для химических опытов и аналогичных занятий»
[2]	EN ISO 8317:2015 Child-resistant packaging — Requirements and testing procedures for reclosable packages (ISO 8317) (Упаковка с защитой от вскрытия детьми. Требования и порядок испытания упаковок многоразового использования)	ГОСТ ISO 8317—2014 «Упаковка, откупоривание которой недоступно детям. Требования и испытания упаковки многоразового использования»
[3]	EN ISO 11885:2009 Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885) (Качество воды. Определение отобранных элементов методом оптической эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES))	СТБ ISO 11885—2011 «Качество воды. Определение некоторых элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES)»
[4]	ISO 2561:2012, Plastics — Determination of residual styrene monomer in polystyrene (PS) and impact-resistant polystyrene (PS-I) by gas chromatography (Пластмассы. Определение содержания остаточного мономера стирола в полистироле (PS) и ударопрочном полистироле (PS-I) с помощью газовой хроматографии)	
[5]	Regulation (EC) No 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) No 1907/2006 (Регламент (ЕС) № 1272/2008 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)	ТР ТС 041/2017 «О безопасности химической продукции»
[6]	Regulation (EC) No 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 (ЕС) № 1907/2006 Европейского парламента и Совета ЕС от 18 декабря 2006 г., касающийся правил регистрации, оценки, санкционирования и ограничения химических веществ (REACH) и учреждения Европейского агентства по химическим веществам)	ТР ТС 041/2017 «О безопасности химической продукции»
[7]	Regulation (EC) No 1333/2008 of the European Parliament and of the Council of 16 December 2008 on food additives (Регламент (ЕС) № 1333/2008 Европейского парламента и Совета ЕС от 16 декабря 2008 г. по пищевым добавкам)	ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»
[8]	Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council of 30 November 2009 on cosmetic products (Регламент (ЕС) № 1223/2009 Европейского парламента и Совета от 30 ноября 2009 г. по косметической продукции)	ТР ТС 009/2011 «О безопасности парфюмерно-косметической продукции»

Окончание таблицы ДБ.1

№	Ссылочный документ, указанный в библиографии настоящего стандарта	Документ, действующий на территории ЕАЭС
[9]	Commission Regulation (EU) No 10/2011 of 14 January 2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food (Регламент Комиссии (ЕУ) № 10/2011 от 14 января 2011 г. по пластмассовым материалам и изделиям, предназначенным для контакта с пищевыми продуктами)	ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки»
[10]	Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council of 18 June 2009 on the safety of toys (Директива 2009/48/ЕС Европейского парламента и Совета от 18 июня 2009 г. по безопасности игрушек)	ТР ТС 008/2011 «О безопасности игрушек»

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 8317:2015 Child-resistant packaging — Requirements and testing procedures for reclosable packages (ISO 8317) (Упаковка с защитой от вскрытия детьми. Требования и порядок испытания упаковок многоразового использования)
- [3] EN ISO 11885:2009 Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885) (Качество воды. Определение отобранных элементов методом оптической эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP-OES))
- [4] ISO 2561:2012 Plastics — Determination of residual styrene monomer in polystyrene (PS) and impact-resistant polystyrene (PS-I) by gas chromatography (Пластмассы. Определение содержания остаточного мономера стирола в полистироле (PS) и ударопрочном полистироле (PS-I) с помощью газовой хроматографии)
- [5] Регламент (ЕС) № 1272/2008 Regulation (EC) No 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) No 1907/2006 (Регламент (ЕС) № 1272/2008 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] Регламент (ЕС) № 1907/2006 Regulation (EC) No 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 (ЕС) № 1907/2006 Европейского парламента и Совета ЕС от 18 декабря 2006 г., касающийся правил регистрации, оценки, санкционирования и ограничения химических веществ (REACH) и учреждения Европейского агентства по химическим веществам)
- [7] Регламент (ЕС) № 1333/2008 Regulation (EC) No 1333/2008 of the European Parliament and of the Council of 16 December 2008 on food additives (Регламент (ЕС) № 1333/2008 Европейского парламента и Совета ЕС от 16 декабря 2008 г. по пищевым добавкам)
- [8] Регламент (ЕС) № 1223/2009 Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council of 30 November 2009 on cosmetic products (Регламент (ЕС) № 1223/2009 Европейского парламента и Совета от 30 ноября 2009 г. по косметической продукции)
- [9] Регламент Комиссии (ЕС) Commission Regulation (EU) No 10/2011 of 14 January 2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food (Регламент Комиссии (ЕС) № 10/2011 от 14 января 2011 г. по пластмассовым материалам и изделиям, предназначенным для контакта с пищевыми продуктами)
- [10] 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 2009/48/ЕС Европейского парламента и Совета от 18 июня 2009 г. по безопасности игрушек)
- [11] Horwitz W. Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs. *Anal. Chem.* 1982, (54) pp. 67A-76A (Оценка аналитических методов регулирования пищевых продуктов и лекарственных средств)
- [12] Identification and Analysis of Plastics by J. Haslam, H.A. Willis & D.C.M Squirrel 1981 (Идентификация и анализ пластмасс)

УДК 688.727.95(083.74)(476):006.354

МКС 97.200.50

IDT

Ключевые слова: игрушки, набор, содержащий химические вещества, требования безопасности, маркировка, упаковка, методы испытаний

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 10.01.2024. Подписано в печать 22.01.2024. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 7,90. Уч.-изд. л. 6,72.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

Поправка к ГОСТ EN 71-5—2018 Игрушки. Требования безопасности. Часть 5. Игровые наборы, включающие химические вещества и не относящиеся к наборам для проведения химических опытов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	— —	Азербайджан Туркмения	AZ TM	Азстандарт Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 7 2024 г.)