

---

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(EASC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)

---



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ

*(проект, RU,  
первая  
редакция)*

---

**ПРОДУКЦИЯ, ПРЕДНАЗНАЧЕННАЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ И ПОДРОСТКОВ**

**Газохроматографическое определение фталатов  
в воде и водных вытяжках из материалов различного состава**

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

Москва  
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации  
202

## **Предисловие**

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

### **Сведения о стандарте**

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

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_ )

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

#### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

## Содержание

1 Область применения .....	
2 Нормативные ссылки .....	
3 Сущность метода .....	
4 Требования безопасности и охраны окружающей среды .....	
5 Требования к квалификации операторов .....	
6 Требования к условиям выполнения измерений .....	
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы .....	
8 Подготовка к выполнению измерений .....	
9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов .....	
10 Отбор пробы воды .....	
11 Приготовление водной вытяжки .....	
12 Подготовка пробы для анализа .....	
13 Выполнение измерений .....	
14 Обработка результатов измерений .....	
15 Проверка приемлемости результатов параллельных определений .....	
16 Требования к показателям точности измерения .....	
17 Форма представления результатов измерений .....	
18 Контроль качества результатов измерений .....	
19 Приложение А (справочное) .....	
20 Приложение Б (справочное) .....	
21 Приложение В (справочное) .....	
22 Приложение Г (справочное) .....	
23 Приложение Д (справочное) .....	

**ПРОДУКЦИЯ, ПРЕДНАЗНАЧЕННАЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ И ПОДРОСТКОВ**

**Газохроматографическое определение фталатов в воде  
и водных вытяжках из материалов различного состава**

Products intended for children and teenagers.

Gas chromatographic determination of dimethyl phthalates in water and water extracts  
from materials of various composition

---

**Дата введения –**

**1 Область применения**

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

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

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

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

## ГОСТ

*проект, RU, первая редакция*

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 22967 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний

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

ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб

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

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

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

**Примечание** – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации ([www.easc.by](http://www.easc.by)) или по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию

этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Сущность метода

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

Диапазон измеряемых массовых концентраций определяемых веществ в воде и в водных вытяжках из анализируемых проб образцов указан в таблице 1.

Таблица 1

Наименование веществ	Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup>
Диметилфталат	0,010-1.2
Диметилтерефталат	0,005-1.2
Диэтилфталат	
Дибutilфталат	0,004-1.2
Бутилбензилфталат	
Бис(2-этилгексил)фталат	
Диоктилфталат	0,010-1.2

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет приблизительно 24 мин.

### 4 Требования безопасности и охраны окружающей среды

При выполнении измерений соблюдают следующие требования:

- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;

## ГОСТ

проект, RU, первая редакция

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

### 5 Требования к квалификации операторов

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

### 6 Требования к условиям выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

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



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

### **7.1 Средства измерений, посуда**

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

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

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

Весы лабораторные общего назначения с наибольший пределом взвешивания 600 г, предел допустимой погрешности  $\pm 0,01$  г по ГОСТ OIML R 76-1.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные вместимостью 5, 10, 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227, 2-го класса точности.

Колбы мерные с притертыми пробками вместимостью 50, 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770.

Воронки делительные ВД-3-500 по ГОСТ 25336

Колбы конические вместимостью 100, 250 см<sup>3</sup> со шлифом <sup>29</sup>/<sub>32</sub> по ГОСТ 25336

Выпариватель (колба для выпаривания гексана вместимостью 50 см<sup>3</sup> с узким оттянутым цилиндрическим дном) (приложение А) или микроконцентратор Кудерна-Дэниша вместимостью 40 см<sup>3</sup> с пробиркой вместимостью 2 см<sup>3</sup>

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

### **7.2 Вспомогательное оборудование**

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

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

Колонка кварцевая капиллярная № 2 длиной 30 м, внутренним диаметром

## ГОСТ

проект, RU, первая редакция

0,53 мм, покрытая пленкой неподвижной жидкой фазы - 5%-фенил 95% диметилполисилоксан толщиной 1,5 мкм

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

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

Диафрагменный вакуумный насос с тефлоновой мембраной, клапаном регулировки и вакуумметром

Установка обратноосмотическая с баком-накопителем вместимостью 80 дм<sup>3</sup>, с фильтрами: микрофльтрационным, угольными, обратноосмотическим.

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

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

Компрессор воздушный.

Регулятор давления баллонный (гелиевый).

Ванна ультразвуковая.

Примечание – Применение фильтра для очистки воздуха позволяет уменьшить уровень фонового тока ПИД.

### 7.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Стандарт - смесь 6 фталатов с концентрацией 2 мг/см<sup>3</sup> в метаноле (стеклянная ампула - объем раствора 1 см<sup>3</sup>)

Диметилтерефталат, аналитический стандарт с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

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

Спирт метиловый по ГОСТ 6995, х. ч.

Гелий газообразный (сжатый), в. ч., марки «6.0»

Клей полиимидный для склеивания капиллярных колонок

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

## 8 Подготовка к выполнению измерений

### 8.1 Подготовка капиллярных колонок

Кварцевые капиллярные колонки соединяют с одним испарителем с помощью специального разветвителя (Y-коннектора), в котором поток газа-носителя делится пополам и попадает в каждую капиллярную колонку.

Систему кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами ( $t_{\text{дет}} = 320 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ), нагревая в термостате хроматографа с программированием температуры от  $50 \text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $280 \text{ }^{\circ}\text{C}$  со скоростью  $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$  и выдерживая при конечной температуре в течение 2 ч. Входы капиллярных колонок в детекторы при этом заглушают графитовыми муфтами. После охлаждения термостата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к пламенно-ионизационным детекторам. Затем проверяют герметичность соединений и устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

### 8.2 Подготовка хроматографа

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

8.2.2 Ориентировочные условия проведения газохроматографического анализа:

- температура детектора (ПИД) .....  $300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- температура испарителя .....  $300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

8.2.3 Для капиллярных колонок:

- температура первого изотермического участка .....  $110 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- длительность первого изотермического участка ..... 1 мин;
- скорость программирования температуры .....  $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ ;
- температура второго изотермического участка .....  $280 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- длительность второго изотермического участка ..... 7 мин;
- давление на входе в капиллярные колонки .....  $61,5 \text{ кПа}$ ;
- сброс газа-носителя:
  - 0 – 1 мин .....  $0 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
  - 1 – 2 мин .....  $60 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
  - 2 – 24 мин .....  $20 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
- поддув газа-носителя (на 2 ПИД) .....  $40 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
- расход водорода (на 2 ПИД) .....  $40 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
- расход воздуха (на 2 ПИД) .....  $400 \text{ см}^3/\text{мин}$ ;
- общее время анализа ..... 24 мин.

### 8.3 Подготовка посуды

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

### 8.4 Получение дистиллированной воды для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек

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

- очистка воды с помощью обратноосмотической установки, предназначенной для глубокого обессоливания водопроводной воды и ее очистки от органических растворенных веществ методом последовательной фильтрации через микрофильтрационный, два угольных, обратноосмотический фильтры и угольный блок-фильтр, производительностью не менее 40 л/ч;

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

**Примечание** – Допускается применение иных систем очистки воды с аналогичными или улучшенными техническими характеристиками.

### 8.5 Проверка чистоты дистиллированной воды, гексана и метанола

Для проверки чистоты дистиллированной воды, гексана и метанола проводят весь цикл операций по п. 8.7. без добавления в используемую дистиллированную воду определяемых веществ.

### 8.6 Приготовление градуировочных растворов

Приготовление градуировочных растворов проводят или весовым или объемным способами. Срок хранения исходных растворов – 6 месяцев при 4 - 8<sup>0</sup>С в

## ГОСТ

проект, RU, первая редакция

защищенном от света месте или в соответствии с паспортом изготовителя. Используемые растворы необходимо проверять в ходе использования на наличие загрязнений и изменение концентраций. Исходные растворы необходимо менять каждые 6 месяцев или ранее, если наблюдается отклонение от полученных ранее результатов. Физико-химические свойства определяемых веществ приведены в приложении Б.

### 8.6.1. Приготовление исходных градуировочных растворов

а) В качестве исходного раствора №1 используют стандарт - смесь 6 фталатов с концентрацией 2 мг/см<sup>3</sup> в метаноле (стеклянная ампула с объемом раствора 1 см<sup>3</sup>) или отдельно каждое вещество.

б) Исходный раствор №2 диметилтерефталата (с=2 мг/см<sup>3</sup>). 100±0,01 мг диметилтерефталата вносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят уровень метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы необходимо менять каждые 1-2 месяца или ранее, если наблюдается расхождение с полученной при первоначальной градуировке зависимостью.

### 8.6.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов

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

Таблица 2

Номер градуировочного раствора	Объем исходного раствора № 1 (с = 2 мг/см <sup>3</sup> ), мм <sup>3</sup>	Концентрация градуировочных растворов, мг/дм <sup>3</sup>
Стандарт - смесь 6 фталатов		
1	1,0	0,004
2	2,5	0,01
3	12,5	0,05
4	25,0	0,10
5	75,0	0,30
6	150,0	0,60
7	300,0	1,20

Таблица 3

Номер градуировочного раствора	Объем исходного раствора № 2 (с = 2 мг/см <sup>3</sup> ), мм <sup>3</sup>	Концентрация вещества в воде, мг/дм <sup>3</sup>
--------------------------------	---	--

Раствор диметилтерефталата (ДМТ)		
1	-	-
2	2,5	0,01
3	12,5	0,05
4	25,0	0,10
5	75,0	0,30
6	150,0	0,60
7	300,0	1,20

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

### 8.7 Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики устанавливают с помощью градуировочных растворов определяемых веществ в воде. Они выражают зависимость площади пика соответствующего вещества (мВ·с) от концентрации (мг/дм<sup>3</sup>) каждого вещества в воде и строятся по сериям градуировочных растворов (см. таблицы.2, 3.)

Для построения градуировочного графика можно пользоваться двумя вариантами жидкостной экстракции.

Первый вариант экстракции: 250 см<sup>3</sup> градуировочного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> гексана и встряхивают в течение 3 минут, вынимая 2 - 3 раза притертую пробку из колбы для уменьшения избыточного давления паров гексана. После окончания экстракции в колбу медленно по стенке доливают дистиллированную воду до тех пор, пока верхний уровень слоя гексана не достигнет начала шлифа. После этого колбу закрывают притертой пробкой. После расслоения жидкостей (приблизительно через 2 - 5 мин) в гексановый слой погружают градуированную стеклянную пипетку вместимостью 25 см<sup>3</sup> и отбирают 24 см<sup>3</sup> гексана, внимательно следя за тем, чтобы конец пипетки не попал в слой воды. Затем гексан сливают в выпариватель и упаривают досуха под небольшим вакуумом\* на водяной бане при температуре 40±1,0 °С. Остаток смывают со стенок выпаривателя 0,1 см<sup>3</sup> метилового спирта и, выдержав раствор в течение 40 минут при комнатной температуре, 1,0 мм<sup>3</sup> экстракта анализируют.

Разницу между добавленным и отобраным гексаном учитывают в виде поправочного коэффициента (для вводимой пробы) при расчетах результатов

## ГОСТ

*проект, RU, первая редакция*

анализа. Использовали для экстракции 25 см<sup>3</sup> гексана -  $V_{\text{экс}} = 25$ . Отобрали для выпаривания 24 см<sup>3</sup> гексана -  $V_{\text{вып}} = 24$ . Поправочный коэффициент для объема вводимой пробы равен  $K_{\text{поп}} = V_{\text{вып}} : V_{\text{экс}} = 0,96$ . Объем вводимой пробы равен:

$$V_{\text{пр. испр.}} = 1 \text{ мм}^3 \times 0,96 = 0,96 \text{ мм}^3.$$

Второй вариант экстракции: 250 см<sup>3</sup> градуировочного раствора помещают в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> гексана и встряхивают в течение 3 минут. После расслоения жидкостей (приблизительно через 2 - 5 мин) гексановый слой сливают в выпариватель и упаривают гексан досуха под небольшим вакуумом\* на водяной бане при температуре  $40 \pm 1,0$  °С. Остаток смывают со стенок выпаривателя 0,1 см<sup>3</sup> метилового спирта и, выдержав раствор в течение 40 минут при комнатной температуре, 1,0 мм<sup>3</sup> экстракта анализируют.

Примечание \*Величина вакуума в выпаривателе при выпаривании гексана подбирается экспериментально и зависит от мощности вакуумного насоса и объема вакуумной системы, а также объема и формы колбы для выпаривания гексана. Нельзя допускать образования в объеме гексана воздушных пузырей, разбрызгивания гексана по колбе и попадания гексана на герметизирующую пробку. Время полного испарения гексана из выпаривателя должно находиться в интервале 18-22 минуты. Не рекомендуется использовать масляные вакуумные насосы.

Для каждого вещества определяют соотношение между концентрацией введенного вещества (мг/дм<sup>3</sup>) и соответствующей ей площадью (мВ·с) пика на хроматограмме.

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

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

## **9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов**

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

Идентификацию каждого компонента пробы проводят по двум параметрам: 1) «Наименование вещества»; 2) «Номер детектора». Пик на первом канале (ПИД-1) имеет статус «Основной». Пик на втором канале (ПИД-2) имеет статус «Подтверждающий».

Для проведения идентификации веществ на двух каналах создают компоненты с одинаковым именем на каждом канале детектора. При этом в столбце «Идентификация» для компонента на первом канале устанавливают признак «Основной» а на втором – «Подтверждающий». Если для компонента не создают одноименный компонент на втором канале, его идентификацию проводят по обычному алгоритму.

При интерпретации хроматограмм необходимо соблюдать следующие правила:

- времена удерживания компонентов необходимо указывать максимально точно (три знака после запятой). Окна поиска должны быть небольшие (1 % или менее) с целью минимизации временных областей поиска, в которых возможно присутствие двух или более компонентов;

- признак «Основной» для компонента следует выбирать на том канале, где этот компонент лучше отделяется от других анализируемых веществ и посторонних пиков. На втором канале, где пересечение областей поиска с другими компонентами более вероятно, данный компонент будет носить признак «Подтверждающий»;

- если различие заданного времени удерживания двух компонентов от реального времени удерживания пика одинаково, предпочтение в идентификации будет отдано компоненту с меньшим окном поиска. Это может быть использовано оператором как искусственный прием, например, если присутствие одного компонента в анализируемой пробе более вероятно, чем второго в соответствии с составом исследуемого материала. Для использования этого приема двум близко элюируемым компонентам назначают одинаковое время удерживания и незначительно отличающиеся окна поиска (например, 1 % и 0,8 %).

Первичную идентификацию веществ, содержащихся в анализируемой пробе, на каждом канале программа проводит путем сравнения времени удерживания каждого определяемого компонента, полученного на каждой колонке, с усредненным



временем удерживания вещества, полученным на каждой капиллярной колонке при градуировке. Окончательный этап идентификации оператор проводит самостоятельно. Процесс идентификации заключается в сравнении времен удерживания веществ, идентифицированных программой, с ориентировочными временами удерживания веществ, содержащимися в таблице 4. При этом необходимо внимательно следить за тем, чтобы площади пиков, соответствующие одному веществу на разных каналах, были близки друг к другу.

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

Колонка № 1		Колонка № 2	
Наименование вещества	Время удерживания, мин	Наименование вещества	Время удерживания, мин
Диметилфталат	7,204	Диметилфталат	6,776
Диметилтерефталат	7,872	Диметилтерефталат	7,541
Диэтилфталат	8,666	Диэтилфталат	8,396
Дибутилфталат	12,262	Дибутилфталат	12,264
Бутилбензилфталат	15,966	Бутилбензилфталат	15,797
Бис(2-тилгексил)фталат	16,895	Бис(2-тилгексил)фталат	17,301
Диоктилфталат	18,338	Диоктилфталат	18,738

Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены в приложении В.

## 10 Отбор пробы воды

Отбор пробы воды осуществляют по ГОСТ 31861. Воду отбирают в чистые емкости предпочтительно из коричневого стекла с завинчивающимися крышками и прокладками из политетрафторэтилена.

Емкость полностью заполняют водой таким образом, чтобы между тефлоновым уплотнением при герметично закрытой крышке и водой отсутствовал воздух.

Срок хранения пробы – не более одних суток в герметично закрытой стеклянной посуде, заполненной под пробку, при температуре от 4 °С до 8 °С в месте, защищенном от света. Если проба воды хранилась в холодильнике, то перед анализом ее надо выдержать 2 ч при комнатной температуре.

## 11 Приготовление водной вытяжки

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

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

Примеры приготовления водных вытяжек из образцов материалов и изделий основных видов продукции приведены в 11.1–11.8.

До проведения исследований все образцы материалов и изделий (кроме подгузников) выдерживают в открытом виде (без упаковки) при комнатной температуре и естественном воздухообмене не менее 24 ч. Пробы образцов из полимерных материалов и резины тщательно промывают водой при температуре 37 °С (без применения моющих средств), прополаскивают дистиллированной водой и просушивают при комнатной температуре. Соски дополнительно подвергают 15-ти минутному кипячению. Водную вытяжку из материалов различного состава и назначения готовят следующим образом.

### **11.1 Соски, соски пустышки, прорезыватели**

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

### **11.2 Посуда и столовые приборы**

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

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

#### **11.2.2 Время выдержки:**

- если время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 10 мин, экспозиция при анализе – 2 ч;
- время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 2 ч, экспозиция при анализе – 1 сут;

- время контакта пищевого продукта с изделием от 2 до 48 ч, экспозиция при анализе – 3 сут;

- если время контакта пищевого продукта с изделием свыше 48 ч, экспозиция при анализе – 10 сут.

#### 11.2.3 Температурные режимы:

- изделия, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами, заливают дистиллированной водой (модельным раствором) комнатной температуры;

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

- формы для выпечки хлеба, ветчины и т. д. заливают кипящим модельным раствором (дистиллированной водой), закрывают крышкой и кипятят в течение 1 ч.

#### **11.3 Изделия санитарно-гигиенические и галантерейные**

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

#### **11.4 Зубные щетки, массажеры для десен и аналогичные изделия для ухода за полостью рта**

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

#### **11.5 Подгузники**

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

#### **11.6 Одежда из текстильных материалов**

Пробы образцов размером (10 x 10) мм помещают в колбы с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении: для одежды первого слоя, постельного белья – (1,0 ± 0,1) г на 50 см<sup>3</sup> воды; для одежды второго слоя, тяжелых махровых хлопчатобумажных тканей – (1,0 ± 0,1) г на 100 см<sup>3</sup> воды. Колбы с пробами выдерживают в термостате 1 час при температуре (40 ± 2) °С.

**11.7 Коляски**

Для текстильных материалов пробы образцов размером (10 x 10) мм, помещают в колбу с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении (1,0 ± 0,1) г на 100 см<sup>3</sup> воды; для полимерных материалов – пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности образца (см<sup>2</sup>) к объему воды (см<sup>3</sup>) 1:2. Колбы с пробами выдерживают в термостате 3 ч при температуре (37 ± 2) °С.

**11.8 Велосипеды, школьно-письменные принадлежности, игрушки**

Пробы образцов замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия (см<sup>2</sup>) к объему воды (см<sup>3</sup>) 1:2 или 1 г на 10 см<sup>3</sup> (при сложных конфигурациях или невозможности подсчитать их площадь). Затем помещают в термостат при температуре (37 ± 2) °С и выдерживают 3 ч. Определение объема колбы приведено в приложении В.

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

**12 Подготовка пробы для анализа**

Объем пробы для анализа - 250 см<sup>3</sup>. Для получения одного результата измерения готовят 500 см<sup>3</sup> пробы воды (водной вытяжки): 250 см<sup>3</sup> – объем пробы для анализа и 250 см<sup>3</sup> – резерв.

Пробу экстрагируют гексаном в течение 3 минут одним из двух способов, описанных в п. 8.7. После расслоения жидкостей (приблизительно через 5 - 10 мин, но при образовании большого количества пены процесс может растянуться на 1 - 2 часа) гексановый слой сливают в выпариватель и упаривают гексан досуха под небольшим вакуумом на водяной бане при температуре 40°С.

При отсутствии возможности немедленного газохроматографического анализа проба воды или водная вытяжка из материала (без исследуемого образца) хранится в стеклянной емкости с притертой пробкой в защищенном от света прохладном месте.

Срок хранения пробы - не более 1 суток в герметично закрытой стеклянной таре при температуре 4°С – 8°С в месте, защищенном от света. Если проба хранилась в холодильнике, то перед анализом ее надо выдержать 2 часа при комнатной температуре.

**13 Выполнение измерений**

После выхода прибора на режим проводят все операции как описано в п. 8.7. Отношение гексана  $V_{\text{вып}}$  ( $X \text{ см}^3$ ), отобранного для выпаривания, к объему гексана  $V_{\text{экс}}$  ( $25 \text{ см}^3$ ), вводимого в колбу для экстракции, используется как поправочный коэффициент для анализируемого объема пробы метанола.

$$K_{\text{поп}} = \frac{V_{\text{вып}} (X \text{ см}^3),}{V_{\text{экс}} (25 \text{ см}^3)}, \quad (1)$$

По окончании хроматографического анализа производят определение времен удерживания, идентификацию, расчет площадей пиков и количественный расчет обнаруженных соединений.

Для получения результата проводят два параллельных измерения метанольного экстракта пробы.

Перед проведением анализа необходимо проверить чистоту микрошприца, которым будет вводиться проба, и метанола, проведя анализ 1,0 мкл метанола, используемого для реэкстракции.

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

Блок-схема проведения исследования приведена в приложении Д.

## **14 Обработка результатов измерений**

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

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

Для обработки результатов хроматографического анализа используют программное обеспечение прибора.

## **15 Проверка приемлемости результатов параллельных определений**

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

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

где  $X_1, X_2$  – результаты параллельных определений, мг/дм<sup>3</sup>;

$r$  – значение предела повторяемости (см. таблицу 5).

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

## 16 Требования к показателям точности измерений

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

Т а б л и ц а 5 – Метрологические характеристики

Определяемое вещество	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup>	Относительная расширенная неопределенность, $U/X, \%$ при $P = 0,95$	Стандартное отклонение повторяемости $\sigma_r, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$	Предел воспроизводимости, $R, \%$	Стандартное отклонение воспроизводимости, $\sigma_R, \%$
Диметилфталат	0,010-1,2	9	2,2	6	8	3,1
Диметилтерефталат	0,005-1,2	11	2,7	8	11	3,8
Диэтилфталат	0,005-1,2	13	2,5	7	10	3,5
Дибутилфталат	0,004-1,2	10	2,6	7	10	3,6
Бутилбензилфталат	0,004-1,2	11	1,7	5	7	2,4
Бис(2-этилгексил)фталат	0,004-1,2	9	2,1	6	8	2,9
Диоктилфталат	0,010-1,2	10	2,3	6	8	3,2

## 17 Предоставление результатов измерений

Результат анализа представляют в виде

$$(\bar{X} \pm U), \text{ мг/дм}^3, \text{ при доверительной вероятности } P = 0,95,$$

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов определений, признанных

приемлемыми, мг/дм<sup>3</sup>;

$U$  – расширенная неопределенность, мг/дм<sup>3</sup>.

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

$$U = U/X \cdot \bar{X} \cdot 0,01, \quad (3)$$

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

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

Если содержание компонента ниже нижней границы диапазона определяемых массовых концентраций, результат анализа представляют в виде: «содержание вещества в пробе менее 0,004 мг/дм<sup>3</sup>»\*.

## 18 Контроль качества результатов измерений

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

### 18.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики (ГХ) проводят в начале каждой серии анализов. Измерения проводят на одном из градуировочных растворов. Контроль стабильности градуировочной характеристики допускается проводить по одному-трем определяемым веществам одного из градуировочных растворов.

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

$$A = \frac{(X - C)100}{C}, \quad (4)$$

$$A \leq B, \quad (5)$$

где  $A$  – величина расхождения;

---

\*0,004 мг/дм<sup>3</sup> – предел обнаружения для дибутилфталата, бутилбензилфталата, бис(2-этилгексил)фталата

$X$  – концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см<sup>3</sup>;

$C$  – известная концентрация градуировочного раствора веществ, взятая для контроля стабильности ГХ, мкг/см<sup>3</sup>;

$B$  – норматив контроля стабильности ГХ, % ( $B = 8$  %, при  $P = 0,95$ ).

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

18.3 Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводят методом добавок.

Величина добавки  $C_{\partial}$  должна удовлетворять условию

$$C_{\partial} \geq U_{л,\bar{X}} + U_{л,\bar{X}'}, \quad (6)$$

где  $\pm U_{л,\bar{X}}, \pm U_{л,\bar{X}'}$  – характеристика неопределенности результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/дм<sup>3</sup>, при этом

$$U_{л} = \pm 0,84U, \quad (7)$$

где  $U$  – граница абсолютной погрешности, мг/дм<sup>3</sup> (см. формулу 3);

0,84 – коэффициент.

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

$$U_{л,\bar{X}} = 0,84 \cdot \frac{U}{\bar{X}} \cdot \bar{X} \cdot 0,01, \quad (8)$$

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

Контрольный параметр процедуры  $K_k$  вычисляют по формуле

$$K_k = \bar{X}' - \bar{X} - C_{\partial}, \quad (10)$$

где  $\bar{X}'$ ,  $\bar{X}$ ,  $C_{\partial}$  – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по разделу 15) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, добавке соответственно, мг/дм<sup>3</sup>;

Норматив контроля  $K$  вычисляют по формуле

$$K = \sqrt{U_{л,\bar{X}'}^2 + U_{л,\bar{X}}^2}, \quad (11)$$



Проводят сопоставление результата контроля процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Если результат контроля анализа удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (12)$$

то процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (12) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

#### **18.4 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости**

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

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \quad (13)$$

где  $X_1$ ,  $X_2$  – результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/дм<sup>3</sup>;

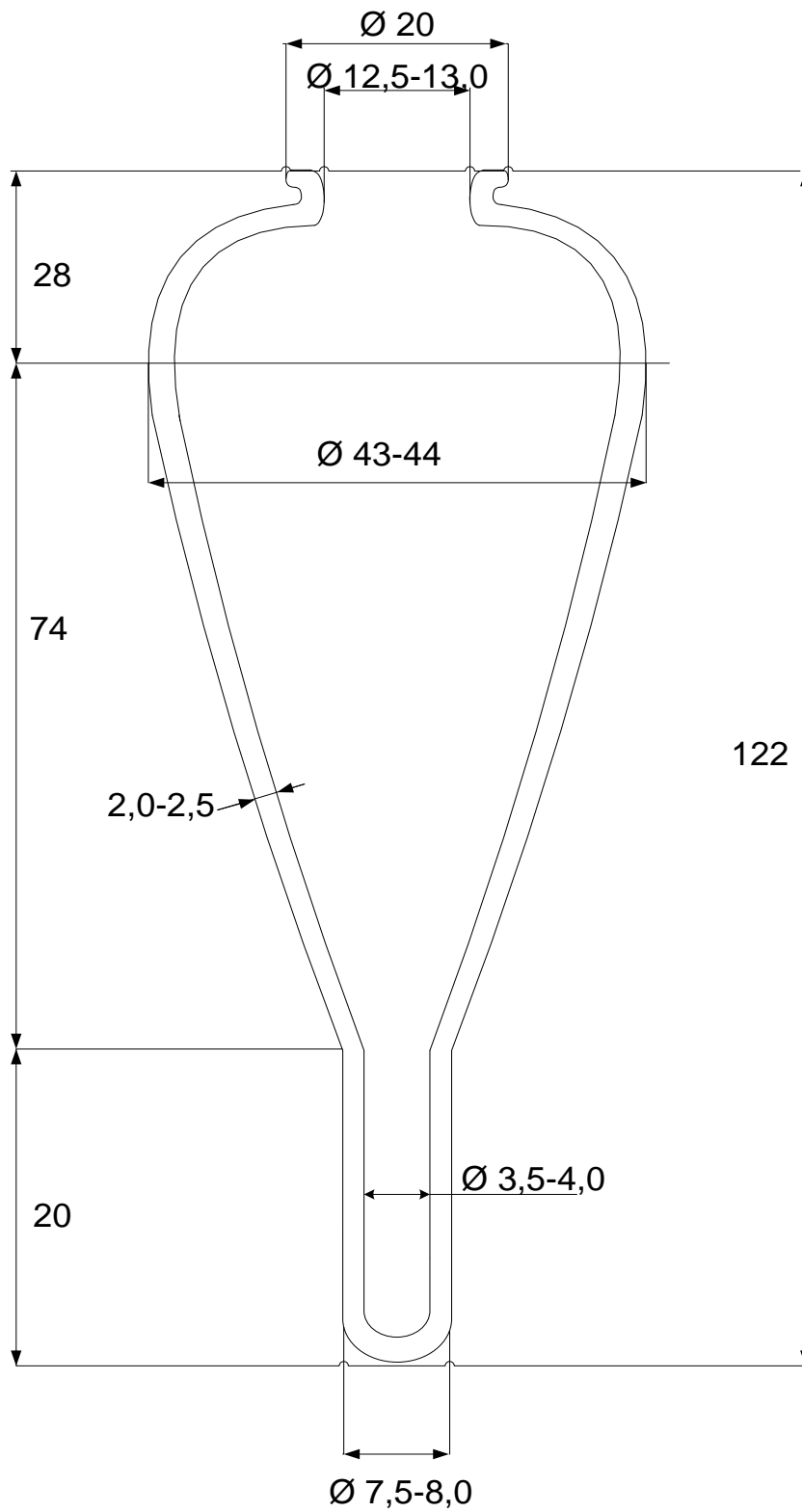
$R$  – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном массовых концентраций по таблице 5), %.

ГОСТ

проект, RU, первая редакция

Приложение А  
(справочное)

Выпариватель (материал-стекло Пирекс)



**Приложение Б**  
**(справочное)****Физико-химические свойства определяемых веществ**

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

Таблица А.1

Вещество	Формула	Молекулярная масса	T <sub>кип.</sub> , °C	Плотность, г/см <sup>3</sup>
Диметилфталат	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	194,19	282	1,190
Диметилтерефталат	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>	194,18	288	1,63
Диэтилфталат	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	222,24	296	1,118
Дибутилфталат	C <sub>16</sub> H <sub>22</sub> O <sub>4</sub>	278	340	1,047
Бутилбензилфталат	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	312,26	-	1,1
Бис(2-этилгексил)фталат	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	390,57	231(5mmHg)	0,984
Диоктилфталат	C <sub>24</sub> H <sub>38</sub> O <sub>4</sub>	390,56	386	0,98

**Приложение В**  
**(справочное)****Примеры хроматограмм градуировочных растворов**

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

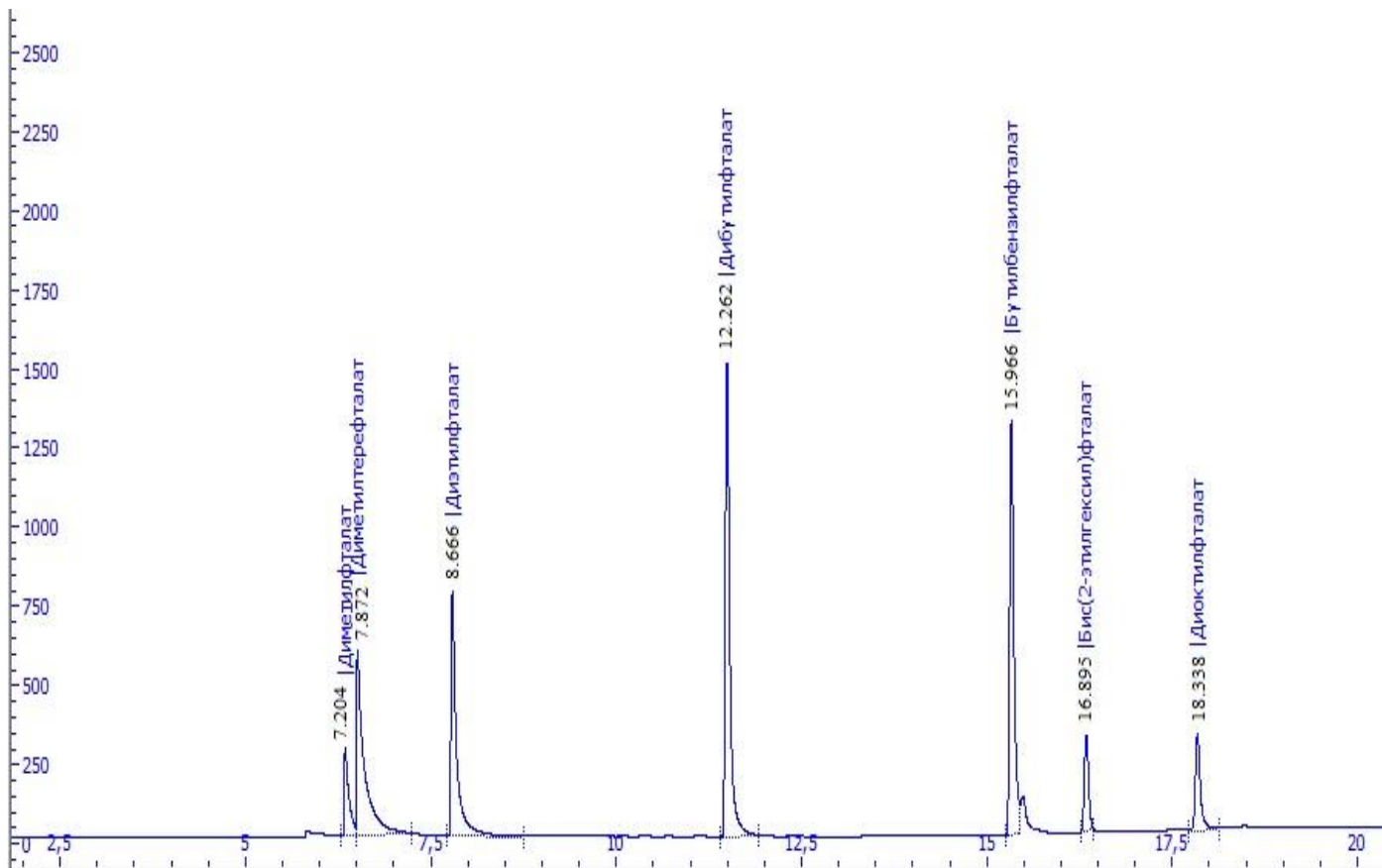


Рисунок В.1 – Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке, покрытой слоем неподвижной фазы: 14% цианопропилфенилполисилоксана и 86% диметилполисилоксана

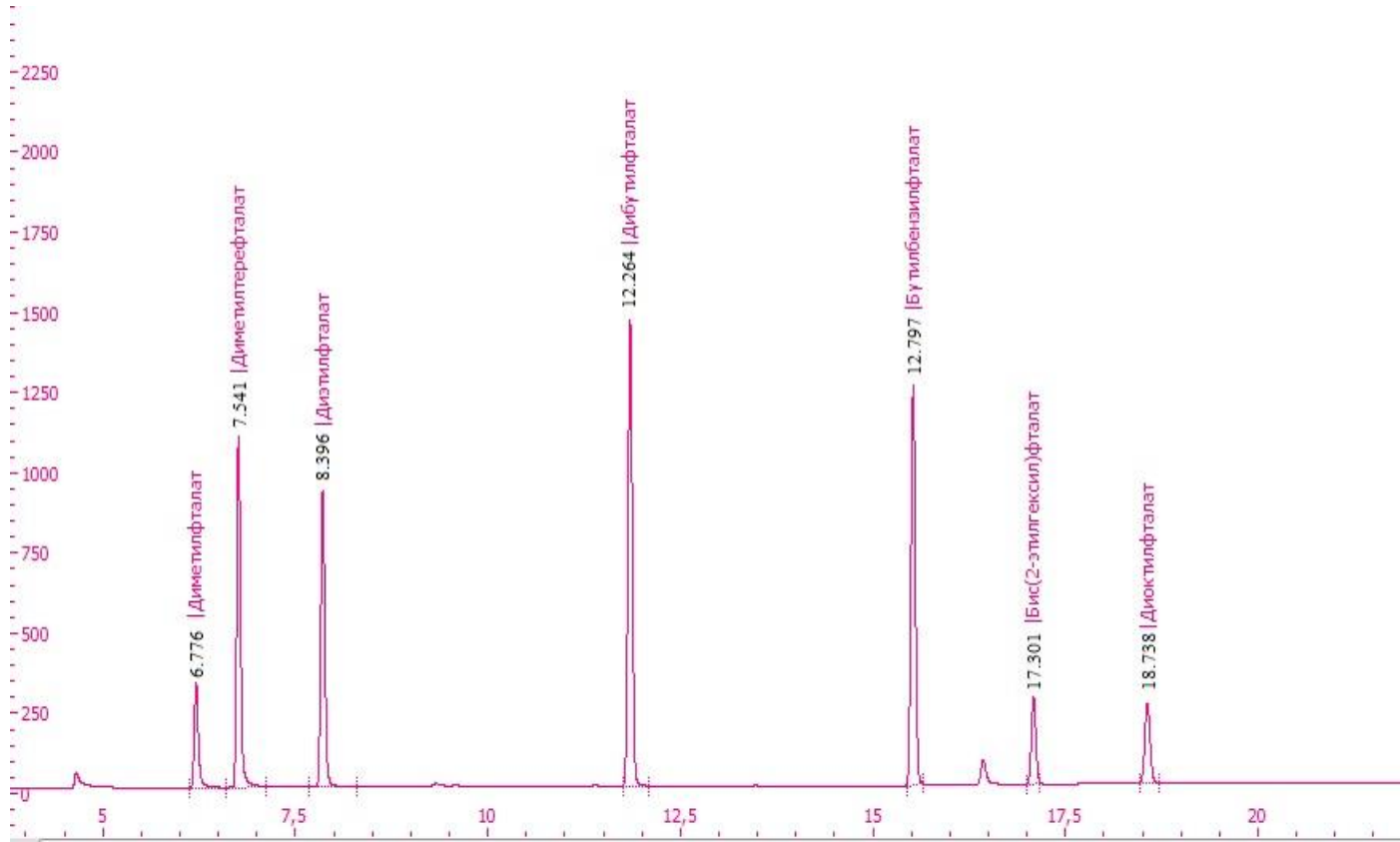


Рисунок В.2 – Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке, покрытой слоем неподвижной фазы: 5% фенилполисилоксана и 95% диметилполисилоксана

**Приложение Г**  
**(справочное)**

**Определение объема колбы**

Для вычисления отношения площади анализируемого образца к объему воды необходимо знать объем используемой колбы  $V_{\text{кол}}$ , который определяют следующим образом: колбу до верхнего края шлифа заполняют водой, после этого колбу закрывают притертой пробкой так, чтобы под ней не было пузырьков воздуха. Объем оставшейся в колбе воды  $V_{\text{кол}}$  измеряют мерным цилиндром.

Объемы используемых колб разных фирм-производителей отличаются друг от друга, поэтому необходимо измерить объем хотя бы одной колбы из новой партии.

Приложение Д  
(справочное)

Блок-схема проведения анализа

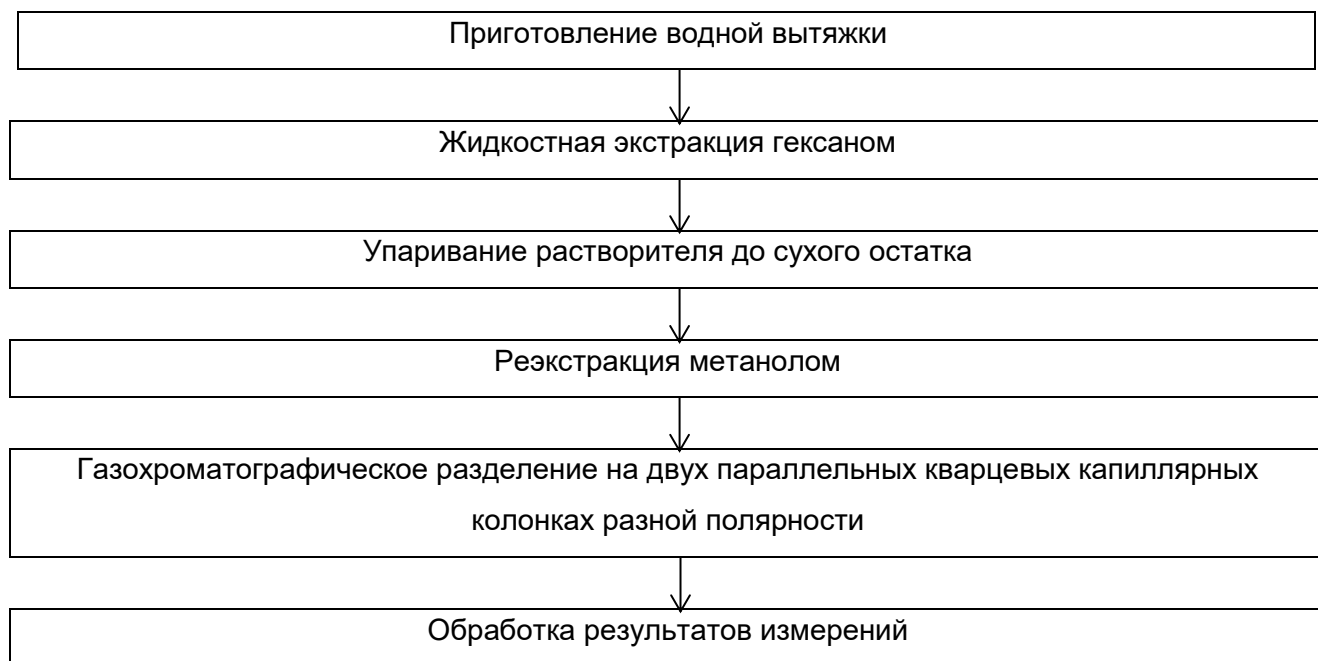


Рисунок Д.1

УДК 543.544.3:006.354

МКС 19.020

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

---