

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО  
14389—  
2016

## МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение содержания фталатов.

Метод с применением тетрагидрофурана

(ISO 14389:2014,

Textiles — Determination of the phthalate content — Tetrahydrofuran  
method,  
IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2016

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстильная и легкая промышленность», открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 апреля 2016 г. № 276-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 14389:2014 «Текстиль. Определение содержания фталатов. Метод с применением тетрагидрофурана» (ISO 14389:2014 «Textiles — Determination of the phthalate content — Tetrahydrofuran method», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе национальных стандартов Российской Федерации

## 5 ВВЕДЕНИЕ В ПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))

© Стандартинформ, 2016

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 Термины и определения .....	1
3 Сущность метода .....	1
4 Реактивы .....	2
5 Аппаратура .....	2
6 Порядок проведения испытаний .....	2
7 Расчет результатов .....	5
8 Протокол испытаний .....	5
Приложение А (обязательное) Расчеты .....	6
Приложение В (справочное) Пример параметров испытаний методом ГХ-МС .....	7
Приложение С (справочное) Определение массовой доли ПВХ химическим методом .....	8
Приложение D (справочное) Статистические данные .....	10
Библиография .....	16

## МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение содержания фталатов.

## Метод с применением тетрагидрофурана

Textiles. Determination of the phthalate content. Tetrahydrofuran method

Дата введения — 2017—04—01

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Настоящий стандарт требует применения веществ и/или процедур, которые могут быть опасными для здоровья, если не будут предприняты адекватные меры предосторожности. Стандарт рассматривает только вопросы технической пригодности и не освобождает пользователя от правовых обязательств, связанных с охраной здоровья и обеспечением безопасности на любом этапе работы. При разработке стандарта предполагалось, что выполнение его положений будет должным образом осуществляться квалифицированным и опытным персоналом.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания фталатов в текстильных материалах с применением газовой хромато-масс-спектрометрии с масс-селективным детектором [ГХ-МС (GC-MS)].

Настоящий стандарт применим к текстильным материалам, в которых существует риск присутствия некоторых фталатов.

## 2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

2.1 **пластифицированный или смягченный материал** (plasticized or softened material): Пластичный материал, обработанный химическими веществами для придания ему большей гибкости.

П р и м е ч а н и е — В настоящем стандарте химическими веществами являются фталаты.

Пример — Пластичные материалы: покрытие, связующее вещество пигментной печати и т. п.

2.2 **полностью обработанный текстильный материал** (overall treated textile): Текстильный материал со сплошной отделкой, покрытием или рисунком.

2.3 **локально обработанный текстильный материал** (locally treated textile): Текстильный материал с локализованной отделкой, покрытием или рисунком.

2.4 **представительный образец** (representative specimen): Образец, полученный путем объединения отдельных образцов всех различных обработанных участков и окрасок.

## 3 Сущность метода

Фталаты экстрагируют из испытуемого образца текстильного материала с использованием ультразвукового генератора с тетрагидрофураном. Поскольку пластичный полимер частично или полно-

стью растворяется, экстракцию фталата проводят после осаждения растворенного полимера, используя подходящий растворитель (ацетонитрил, н-гексан и т.п.). После центрифugирования и разведения экстракта до определенного объема используют ГХ-МС для идентификации отдельных фталатов в образце и количественного определения с помощью внутреннего стандарта (IS).

## 4 Реактивы

Если не установлено другое, используют только реактивы признанной аналитической чистоты.

4.1 Тетрагидрофuran (THF), CAS номер: 109-99-9.

4.2 Растворители, используемые для осаждения, например:

4.2.1 Ацетонитрил, CAS номер: 75-05-8;

4.2.2 н-Гексан, CAS номер: 110-54-3.

4.3 Ди-циклогексил фталат (DCHP), CAS номер: 84-61-7, внутренний стандарт (IS).

4.4 Ди-изо-нонил фталат (DINP), CAS номер: 28553-12-0 или 68515-48-0.

4.5 Ди-(2-этилгексил) фталат (DEHP), CAS номер: 117-81-7.

4.6 Ди-н-октил фталат (DNOP), CAS номер: 117-84-0.

4.7 Ди-изо-децил фталат (DIDP), CAS номер: 26761-40-0 или 68515-49-1.

4.8 Бутил бензил фталат (BBP), CAS номер: 85-68-7.

4.9 Ди-бутил фталат (DBP), CAS номер: 84-74-2.

4.10 Ди-изобутил фталат (DIBP), CAS номер: 84-69-5.

4.11 Ди-пентил фталат (DPP), CAS номер: 131-18-0.

4.12 Ди-изо-гептил фталат (DIHP), CAS номер: 71888-89-6.

4.13 Ди-метоксиэтил фталат (DMEP), CAS номер: 117-82-8.

## 5 Аппаратура

5.1 Газовый хромато-масс-спектрометр (ГХ-МС) с масс-селективным детектором (МСД/MSD).

5.2 Виала объемом 40 см<sup>3</sup>.

5.3 Термостатическая ультразвуковая ванна с частотой (40 ± 5) кГц.

5.4 Стеклянные колбы со стеклянными пробками объемом 100 см<sup>3</sup>.

5.5 Калиброванные мерные колбы объемом 50 и 100 см<sup>3</sup>.

5.6 Мерная градуированная пипетка объемом 10 и 20 см<sup>3</sup>.

5.7 Весы с разрешением 0,1 мг.

5.8 Водяная баня.

5.9 Ротационный испаритель.

## 6 Порядок проведения испытаний

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пары органических растворителей отличаются сильной воспламеняемостью, особенно при высокой температуре. Стеклянную посуду перед использованием следует охладить.**

Избегают непосредственного контакта между пробами и использованными стеклянной посудой и/или оборудованием, чтобы минимизировать перекрестное загрязнение. Стеклянную посуду после мытья следует промывать дополнительно 0,1 Н азотной кислотой, водой и на последней стадии – ацетоном. Стеклянная посуда должна быть полностью высушена перед использованием. Чтобы избежать загрязнения не используют пластмассовые контейнеры (например, для воды).

### 6.1 Приготовление стандартных растворов

#### 6.1.1 Раствор внутреннего стандарта

Приготавливают стоковый стандартный 1000 мг/дм<sup>3</sup> раствор внутреннего стандарта в растворителе, использованном для осаждения (4.2) после ультразвуковой экстракции (6.2).

#### 6.1.2 Приготовление стоковых стандартных растворов

Приготавливают серии индивидуальных стоковых стандартных растворов индивидуального фталатного эфира в растворителе, используемом для осаждения, как показано в таблице 1.

Например, взвешивают 50,0 мг фталата в мерной колбе объемом 50 см<sup>3</sup>, наливают в нее до метки растворитель, используемый для осаждения, и тщательно перемешивают до полного растворения вещества.

Таблица 1 — Стоковые стандартные растворы

Фталатный эфир	DCHP (IS)	DINP	DEHP	DNOP	DIDP	VBP	DBP	DBP	DPP	DIHP	DMEP
Концентрация, мг/дм <sup>3</sup>	1000										

Большинство стоковых стандартов могут быть реализованы в смешанном стоке. Это позволит сэкономить время и усилия при подготовке калибровочных образцов. DINP, DIDP и DIHP имеют перекрывающиеся пики. Рекомендуется изготовить для них стоковые стандартные растворы раздельно, поскольку их калибровочные растворы должны быть подготовлены с концентрацией в пять раз (5×) больше, чем для других фталатов, из-за их многопиковой природы. Этим объясняется более высокий предел детектирования в приложении В.

#### 6.1.3 Приготовление калибровочных растворов

Из стоковых стандартных растворов приготавливают не менее пяти подходящих фталатных калибровочных растворов (примеры концентраций: 1, 3, 15, 30 и 90 мг/дм<sup>3</sup>, как указано в таблице 2), каждый из них содержит равное количество определяемых фталатов (с 4.4 по 4.13) и количество внутреннего стандарта (4.3) в смеси тетрагидрофурана и используемого для осаждения растворителя, смешанных по объему в соотношении 1:2 (33 части тетрагидрофурана к 66 частям другого растворителя), как указано в таблице 2.

Таблица 2 — Примеры калибровочных растворов

Концентрация	Инструкции
Бланковый	Добавляют 0,1 см <sup>3</sup> каждого стокового стандартного раствора в мерную колбу объемом 100 см <sup>3</sup> плюс 0,5 см <sup>3</sup> внутреннего стандартного (DCHP) стокового раствора; затем заполняют колбу до метки смесью из тетрагидрофурана и используемого для осаждения растворителя, смешанных по объему в соотношении 1:2 (33 части тетрагидрофурана и 66 частей другого растворителя)
1 мг/дм <sup>3</sup>	Добавляют 0,1 см <sup>3</sup> каждого стокового стандартного раствора в мерную колбу объемом 100 см <sup>3</sup> плюс 0,5 см <sup>3</sup> внутреннего стандартного (DCHP) стокового раствора; затем заполняют колбу до метки смесью из 33 частей тетрагидрофурана и 66 частей используемого для осаждения растворителя
3 мг/дм <sup>3</sup>	Добавляют 0,3 см <sup>3</sup> каждого стокового стандартного раствора в мерную колбу объемом 100 см <sup>3</sup> плюс 0,5 см <sup>3</sup> внутреннего стандартного (DCHP) стокового раствора; затем заполняют колбу до метки смесью из 33 частей тетрагидрофурана и 66 частей используемого для осаждения растворителя
15 мг/дм <sup>3</sup>	Добавляют 0,75 см <sup>3</sup> каждого стокового стандартного раствора в мерную колбу объемом 50 см <sup>3</sup> плюс 0,25 см <sup>3</sup> внутреннего стандартного (DCHP) стокового раствора; затем заполняют колбу до метки смесью из 33 частей тетрагидрофурана и 66 частей используемого для осаждения растворителя
30 мг/дм <sup>3</sup>	Добавляют 1,5 см <sup>3</sup> каждого стокового стандартного раствора в мерную колбу объемом 50 см <sup>3</sup> плюс 0,25 см <sup>3</sup> внутреннего стандартного (DCHP) стокового раствора; затем заполняют колбу до метки смесью из 33 частей тетрагидрофурана и 66 частей используемого для осаждения растворителя
90 мг/дм <sup>3</sup>	Добавляют 4,5 см <sup>3</sup> каждого стокового стандартного раствора в мерную колбу объемом 50 см <sup>3</sup> плюс 0,25 см <sup>3</sup> внутреннего стандартного (DCHP) стокового раствора; затем заполняют колбу до метки смесью из 33 частей тетрагидрофурана и 66 частей используемого для осаждения растворителя

Каждый калибровочный раствор должен иметь окончательную концентрацию внутреннего стандарта 5 мг/дм<sup>3</sup>. Приготавливают один калибровочный бланковый раствор. Анализируют калибровоч-

ные растворы и калибровочный бланковый раствор с помощью ГХ-МС. Количественно анализируют результат для определения соответствующих периодов удержания и отсутствия загрязнения, и строят калибровочную кривую.

Для количественного определения DEHP, DNOP, DINP, DIDP и DIHP используются целевые ионы, отличные от 149. Все перечисленные фталаты могут быть откалиброваны и определены количественно вместе.

Типичные ионы, используемые для количественного определения фталатов, приведены в приложении В.

Если на хроматограмме перекрываются пики DIDP и DINP, выбирают целевые ионы, указанные в приложении В.

В случае, когда концентрация определенного фталата в экстрагированном растворе образца лежит вне пределов калибровочной кривой, разбавляют раствор смесью из 33 частей тетрагидрофурана и 66 частей используемого для осаждения растворителя, содержащей 5 мг/дм<sup>3</sup> внутреннего стандарта, чтобы проба могла быть должным образом количественно определена.

**П р и м е ч а н и е** — Стоковые стандартные растворы хранят при температуре от 0 °C до 4 °C в течение 12 месяцев, а рабочие растворы хранят при температуре от 0 °C до 4 °C в течение 6 месяцев или меньшее время, если постоянный контроль качества указывает на наличие проблем.

## 6.2 Ультразвуковая экстракция и определение фталатов

### 6.2.1 Общие положения

Ультразвуковую экстракцию проводят, используя тетрагидрофуран на двух подготовленных от каждой текстильной пробы образцах для испытаний после осаждения (частичного или полного) растворенного пластического компонента с помощью подходящего растворителя, дальнейшего центрифугирования и определения фталатов. Бланковый раствор анализируют параллельно, чтобы исключить ошибки, вызванные загрязнениями из лабораторной среды.

**П р и м е ч а н и е** — Например, поливинилхлорид [ПВХ (PVC)] полностью растворяется в тетрагидрофуране.

### 6.2.2 Приготовление образца для испытаний

Представительный образец для испытаний подготавливают смешиванием и нарезкой кусочков от каждой покрытой области/части текстильной пробы. Разрезают представительный образец на мелкие кусочки (менее 5 мм в наибольшем измерении), гомогенизируют его и взвешивают ( $0,30 \pm 0,01$ ) г этих кусочков в каждой из двух герметичных виал объемом 40 см<sup>3</sup> (5.2), закрытых политетрафторэтиленовой [ПТФЭ (PTFE)] диафрагмой. Обеспечивают, чтобы виалы оставались герметичными в ультразвуковой ванне (5.3) на протяжении всего процесса экстракции.

Используя мерную градуированную пипетку (5.6), добавляют в каждую виалу 10 см<sup>3</sup> тетрагидрофурана (4.1), содержащего 5 мг/дм<sup>3</sup> внутреннего стандарта (4.3).

### 6.2.3 Процедура экстракции

Помещают виалы в ультразвуковую ванну (5.3) при температуре ( $60 \pm 5$ ) °C на ( $60 \pm 5$ ) мин, чтобы дать возможность экстрагировать фталаты (путем полного или частичного растворения полимера). Затем удаляют виалы из ванны и выдерживают их до тех пор, пока экстракционный раствор не охладится до комнатной температуры.

С помощью мерной градуированной пипетки добавляют по каплям в каждую виалу 20 см<sup>3</sup> используемого для осаждения растворителя (4.2), содержащего 5 мг/дм<sup>3</sup> внутреннего стандарта.

Энергично встряхивают виалы (предпочтительно на встряхивателе вихревого типа) не менее 30 с и оставляют на ( $30 \pm 2$ ) мин, чтобы дать возможность полимеру осесть.

Центрифугируют виалы с ускорением 700g (например, 2500 об/мин при радиусе 10 см) не менее 10 мин, чтобы высадить любой оставшийся взвешенный осадок полимера в органической фазе на дно и получить прозрачный органический раствор. Затем отбирают и переносят аликвоту органического раствора образца в две подходящие для проведения анализа ГХ-МС виалы.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Непосредственное введение в ГХ-МС раствора со взвешенным веществом или мутного раствора может привести к загрязнению оборудования.

При необходимости подготавливают дополнительные разведенные растворы, используя соответствующий объем смеси тетрагидрофурана (4.1) и используемого для осаждения растворителя (4.2), смешанных по объему в соотношении 1:2 (33 части тетрагидрофурана и 66 частей другого растворителя), содержащей 5 мг/дм<sup>3</sup> внутреннего стандарта (4.3), и затем повторяют анализ.

#### 6.2.4 Определение фталатов

Фталаты, экстрагированные по 6.2.3, определяют методом ГХ-МС (5.1). Пример программы параметров анализа ГХ-МС целевых фталатов приведен в приложении В.

В некоторых случаях, когда концентрация фталатов очень низкая, может оказаться необходимым увеличение массы образцов для испытаний.

### 7 Расчет результатов

#### 7.1 Расчеты, основанные на скорректированной массе (по умолчанию)

По калибровочному графику определяют отклик каждого фталата, принимая во внимание площадь пика внутреннего стандарта, и интерполируют концентрацию фталата в мг/дм<sup>3</sup>, внося корректизы на разбавление. Вычитают бланковую концентрацию из концентрации образца. Рассчитывают результат, используя формулу

$$w_c = \frac{V(bF-a)}{m_c \cdot 10000}, \quad (1)$$

где  $w_c$  — массовая доля индивидуального фталата, основанная на скорректированной массе образца для испытаний;

$V$  — равен 30 см<sup>3</sup>, который является полным объемом раствора фталата до разбавления (10 см<sup>3</sup> используемого для экстракции тетрагидрофурана и 20 см<sup>3</sup> используемого на этапе осаждения растворителя);

$m_c$  — скорректированная масса образца, г;

$a$  — концентрация индивидуального фталата в бланковом растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$b$  — концентрация индивидуального фталата в растворе образца, мг/дм<sup>3</sup>;

$F$  — коэффициент разведения.

Определение скорректированной массы и пример расчета приведены в приложении А. Полностью и локально обработанные материалы представлены на рисунке А.1 и рисунке А.2, соответственно.

Если невозможно получить скорректированную массу образца для испытаний, это отмечают в протоколе испытания и рассчитывают результат в соответствии с 7.2.

#### 7.2 Расчет, основанный на полной массе (при необходимости)

Если невозможно получить скорректированную массу  $m_c$  образца для испытаний так, как это изложено в приложении А, результат рассчитывают, используя формулу

$$w_T = \frac{V(bF-a)}{m_T \cdot 10000}, \quad (2)$$

где  $w_T$  — массовая доля индивидуального фталата, основанная на полной массе образца для испытаний;

$m_T$  — полная масса образца, г.

### 8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

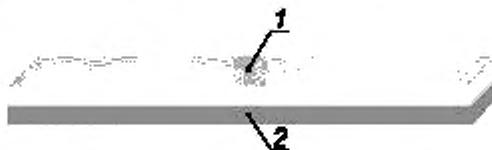
- а) ссылка на настоящий стандарт;
- б) все подробности, необходимые для полной идентификации испытуемой пробы;
- в) подробности подготовки образцов;
- г) величина скорректированной массы  $m_c$ , г (7.1); при необходимости величина полной массы  $m_T$ , г (7.2);
- е) результаты испытаний каждого из перечисленных фталатов в пластифицированном материале или текстильном изделии,  $w_c$  (или при необходимости  $w_T$ ), мкг/г или %;
- ж) любое отклонение по договоренности или другим причинам от установленной процедуры.

Приложение А  
(обязательное)

## Расчеты

## A.1 Полнотью обработанные образцы

В случае полностью обработанных образцов см. рисунок А.1.



1 — пластический компонент (покрытие), 2 — ткань

Рисунок А.1 — Полнотью обработанные материалы

$m_1$  — общая масса полностью обработанного образца, г;

$m_2$  — масса текстильного компонента, г;

$m$  — масса покрытия, г.

П р и м е ч а н и е 1 — Масса покрытия является скорректированной массой образца в формуле (1).

Из испытуемого образца с общей массой полностью обработанного образца  $m_1$ , г, пластический компонент (покрытие) удаляют с помощью механической, тепловой или химической процедуры (или комбинации этих процедур). Пластический компонент  $m$  должен быть определен путем сравнения с текстильным компонентом  $m_2$ .

П р и м е ч а н и е 2 — Пример химической процедуры приведен в приложении С.

Часть покрытия определяют, используя формулу

$$m = m_1 - m_2 \quad (\text{A.1})$$

## A.2 Локально обработанные образцы

В случае локально обработанных образцов см. рисунок А.2.



1 — пластический компонент (покрытие); 2 — ткань

Рисунок А.2 — Локально обработанный образец

$m_1$  — поверхностная плотность (масса, деленная на площадь) обработанного участка образца,  $\text{г}/\text{м}^2$ ;

$m_2$  — поверхностная плотность (масса, деленная на площадь) текстильного материала,  $\text{г}/\text{м}^2$ ;

$m$  — масса пластического компонента (покрытия), г.

П р и м е ч а н и е 1 — Масса пластического компонента является скорректированной массой образца в формуле (1).

$S$  — площадь поверхности обработанного участка образца,  $\text{м}^2$ .

Сначала определяют плотность поверхности (массу, деленную на площадь) на необработанной части (включающей только текстильный материал)  $m_2$ .

На образце для испытаний:

- измеряют плотность обработанной поверхности (массу, деленную на площадь)  $m_1$ ;
- измеряют обработанную площадь  $S$ .

Массу пластического компонента  $m$ , г, рассчитывают, используя формулу

$$m = (m_1 - m_2)S \quad (\text{A.2})$$

**Приложение В**  
**(справочное)**

**Пример параметров испытаний методом ГХ-МС**

Поскольку оснащение лабораторий может быть разным, для хроматографических анализов невозможно предложить общеприменимые параметры. Установлено, что могут быть успешно применены следующие параметры:

- а) капиллярная колонка: DB-5MS, длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,1 мкм; или эквивалентные;
- б) температурная программа:
  - 100 °C (1 мин), от 100 °C до 180 °C (15 °C/мин),
  - 180 °C (1 мин), от 180 °C до 300 °C (5 °C/мин),
  - 300 °C (10 мин);
- с) температура инжектора: 300 °C;
- д) температура линии переноса: 280 °C;
- е) газ-носитель: гелий, чистоты не ниже 99,999 %, 1,2 см<sup>3</sup>/мин;
- ф) режим ионизации: EI;
- г) энергия ионизации: 70 эВ;
- х) режим детектирования: детектирование выбранного иона;
- и) система ввода: инжектор без разделения или с разделением через 1,5 мин;
- ж) вводимый объем: мкл.

Типичные ионы для количественного определения фталатов приведены в таблице В.1.

Т а б л и ц а В.1 — Типичные ионы для количественного определения фталатов и предел детектирования

№	Наименование	Типичные ионы для количественного определения ионы/з.е.м.			Предел детектирования, мкг/л	
		Целевой ион	Для количественного определения			
			Q1	Q2		
1	Ди-бутил фталат (DBP)	149	150	205	40,0	
2	Бутил бензил фталат (BBP)	149	206	150	40,0	
3	Бис-(2-этилгексил) фталат (DEHP)	149	167	279	40,0	
4	Ди-н-октил фталат (DNOP)	279	167	261	40,0	
5	Ди-изо-нонил фталат (DINP)	293	149	127	200,0	
6	Ди-изо-децил фталат (DIDP)	307	149	141	200,0	
7	Ди-изобутил фталат (DIBP)	149	167	223	40,0	
8	Ди-пентил фталат (DPP)	149	219	237	40,0	
9	Ди-изо-гептил фталат (DIHP)	265	149	99	200,0	
10	Ди-метоксиэтил фталат (DMEP)	149	59	207	200,0	
11	Ди-циклогексил фталат (DCHP) (внутренний стандарт)	149	167	249	200,0	

Приложение С  
(справочное)

Определение массовой доли ПВХ химическим методом

**C.1 Сущность метода**

Слой ПВХ растворяют обработкой тетрагидрофураном пробы с известной сухой массой. Остаток текстиля собирают, промывают, сушат и взвешивают. Его массу, при необходимости скорректированную, выражают в процентах от сухой массы пробы. Массовую долю сухого ПВХ находят по разнице.

Данный метод был подтвержден Объединенным исследовательским центром Европейской комиссии в сотрудничестве с 12 лабораториями, используя хлопчатобумажную пробу с ПВХ. Выбросы обнаружены не были. Коэффициент вариации повторяемости и коэффициент вариации воспроизводимости были найдены равными 0,6 % и 1,4 % соответственно. Для хлопка коэффициент коррекции  $d$  был найден равным 1,00. Для отличных от хлопка волокон коэффициент коррекции для чистого волокна, необходимый для расчета результатов по формуле (C.1), должен быть определен с применением данного метода к 100 % чистому волокну (не менее трех образцов по 1 г каждый) и расчетом  $d$  как соотношения сухой массы образца после предварительной обработки по [1] к сухой массе остатка после применения этого метода. Этап сушки необходимо проводить в вентилируемой печи (сушильном шкафу) при температуре 105 °С от 14 до 16 ч.

**C.2 Аппаратура**

- C.2.1 Бюкс для взвешивания или какая-либо другая аппаратура, обеспечивающая идентичные результаты.
- C.2.2 Фильтровальные тигли.
- C.2.3 Эксикатор, содержащий индикаторный силикагель.
- C.2.4 Вентилируемая печь для сушки образцов при температуре (105 ± 3) °С.
- C.2.5 Аналитические весы с точностью до 0,0002 г.
- C.2.6 Стеклянные конические колбы, снабженные завинчивающимися фторопластовыми (PTFE) пробками, объемом не менее 100 см<sup>3</sup>.
- C.2.7 Термостатическая сверхзвуковая ванна.
- C.2.8 Мерный цилиндр объемом 50 см<sup>3</sup>.

**C.3 Реактивы**

Если не установлено иное, используют только реактивы признанной аналитической степени чистоты.

- C.3.1 Тетрагидрофуран (THF), CAS-номер: 109-99-9.
- C.3.2 Деминерализованная вода.

**C.4 Отбор проб**

Образцы используют в том виде, в каком они получены.

**C.5 Процедура испытания**

Сушат не менее трех образцов по 1 г каждый, раздельно в различных бюксах для взвешивания, в вентилируемой печи (105 °С) от 14 до 16 ч.

Одновременно сушат три фильтровальных тигля в бюксах для взвешивания в вентилируемой печи (105 °С) от 14 до 16 ч.

Охлаждают все упомянутые бюксы, содержащие образцы и фильтровальные тигли, в эксикаторе (размещенном рядом с весами) в течение не менее 2 ч.

Взвешивают бюксы, содержащие образцы.

Количественно переносят образцы в стеклянную коническую колбу объемом не менее 100 см<sup>3</sup> с завинчивающейся фторопластовой пробкой, которая будет использована для испытания, и затем взвешивают пустые бюксы (разница является массой образца, массой пробы).

Взвешивают фильтровальные тигли.

К каждому образцу, помещенному в стеклянную коническую колбу, добавляют 50 см<sup>3</sup> тетрагидрофурана на грамм образца. Растворяют ПВХ в ультразвуковой ванне (5.3) в течение часа при 60 °С и затем сразу же фильтруют раствор через взвешенный фильтровальный тигель. Переносят остаток в фильтровальный тигель. Промывают дважды остаток в фильтровальном тигле 30 см<sup>3</sup> тетрагидрофурана, предварительно нагретого до 60 °С, и дают стечь жидкости под действием сил гравитации. Затем тщательно промывают водой и дают стечь воде. Убеждаются, что образцы промыты количеством воды, достаточным для того, чтобы исключить наличие запаха тетрагидрофурана при сушке остатка в печи. Наконец, отсасывают под вакуумом содержимое тигля.

Сушат фильтровальные тигли с остатками в бюксах для взвешивания, помещенными в вентилируемую печь (105 °С) от 14 до 16 ч.

Охлаждают их в эксикаторе (находящемся рядом с весами) в течение не менее 2 ч.

Взвешивают фильтровальные тигли с остатком в течение 2 мин после удаления из эксикатора (разница с пустыми фильтровальными тиглями является массой остатков, остаточной массой).

#### C.6 Расчет результатов

Результаты рассчитывают по формуле

$$w_1 = 100 \cdot \frac{rd}{m}, \quad (C.1)$$

где  $w_1$  — массовая доля чистого, сухого нерастворимого текстильного компонента, %;

$m$  — сухая масса образца, г;

$r$  — сухая масса текстильного остатка, г;

$d$  — коррекционный коэффициент для потери массы нерастворимого текстильного компонента в реактиве в процессе анализа.

Затем рассчитывают массовую долю нерастворимого текстильного компонента на основе чистой сухой массы с поправкой на общепринятые коэффициенты (согласованные поправки), используя формулу

$$w_{1A} = 100 \cdot \frac{w_1 \left(1 + \frac{a_1}{100}\right)}{w_1 \left(1 + \frac{a_1}{100}\right) + (100 - w_1)}, \quad (C.2)$$

где  $w_{1A}$  — массовая доля нерастворимого компонента, скорректированная на согласованные поправки, %;

$w_1$  — массовая доля чистого сухого нерастворимого компонента, вычисленная по формуле (C.1);

$a_1$  — согласованная поправка для нерастворимого компонента.

Массовую долю растворимого компонента, в данном случае ПВХ,  $w_2$ , %, получают по разнице.

В случае, когда текстильная проба, покрытая ПВХ, состоит из смеси волокон, нерастворимых в условиях данного метода, коррекционный коэффициент  $d$  и согласованная поправка  $a_1$  в формулах (C.1) и (C.2) соответственно должны быть применены к смеси волокон. Чтобы рассчитать объединенные параметры, используют формулы:

$$d_{\text{combined}} = \sum_{i=1}^n m_i d_i, \quad (C.3)$$

$$a_{\text{comb\_ned}} = \sum_{i=1}^n m_i a_i, \quad (C.4)$$

где  $i$  —  $i$ -й(е) компонент(ы) смеси волокон;

$m_i$  — массовая доля  $i$ -го компонента смеси волокон;

$d_{\text{combined}}$  — коррекционный коэффициент потери массы смеси волокон в реактиве в процессе анализа;

$d_i$  — коррекционный коэффициент потери массы  $i$ -го нерастворимого компонента смеси волокон в реактиве в процессе анализа;

$a_{\text{combined}}$  — согласованная поправка смеси волокон;

$a_i$  — согласованная поправка для  $i$ -го нерастворимого компонента смеси волокон.

Приложение D  
(справочное)

## Статистические данные

## D.1 Сводная информация

От имени рабочей группы ИСО/ТК 38/WG 22, а также рабочей группы CEN/TC 248/WG 26 Объединенный исследовательский центр (JRC) Европейской комиссии организовал в 2011 г. совместные пробные испытания для подтверждения четырех методов определения фталатов и одного метода количественного определения ПВХ в текстильных продуктах. Первые четыре исследованных метода были разработаны и использовались как в европейских, так и других странах, тогда как пятый метод был разработан JRC.

Методы 1, 2 и 3 основаны на ультразвуковой экстракции фталатов (с 80 частями н-тексана к двадцати частям ацетона, н-гексана и трет-бутилового эфира соответственно); метод 4 основан на растворении ПВХ тетрагидрофураном в ультразвуковом генераторе, с дальнейшим осаждением его ацетонитрилом. Во всех случаях фталаты количественно были определены с помощью ГХ-МС.

Метод 5 для определения массовой доли ПВХ основан на растворении его тетрагидрофураном в ультразвуковом генераторе с дальнейшей промывкой остатка и определением его веса.

Совместное исследование было организовано в соответствии с [2] как сбалансированный эксперимент единого уровня, т. е. с одинаковым количеством результатов испытаний в каждой лаборатории, когда анализируют одни и те же уровни образцов для испытаний. Результаты предоставили тринадцать лабораторий: восемь европейских и пять, находящихся за пределами Европы.

Оценка однородности, проведенная JRC методом 2, подтвердила, что все пробы могут быть рассмотрены как «достаточно однородные» в соответствии с гармонизированным протоколом IUPAC для квалификационных испытаний.

В целом четыре хлопчатобумажных пробы с нанесением слоя ПВХ и одна пробы из ПВХ, содержащие 7 фталатов (DEHP, DBP, BBP, DINP, DIDP, DNOP и DIBP) с тремя уровнями, были проанализированы трижды тринадцатью лабораториями. Уровни I, II и III относятся к пробам, содержащим конкретные фталаты в концентрациях приблизительно 200, 1000 и 5000 мг фталата на килограмм ПВХ. В случае DIDP и DINP уровень I соответствовал приблизительно 500 мг/кг. Кроме того, одна пробы была измерена для определения величины массовой доли ПВХ. В целом был получен 4091 результат испытаний. Пробы были изготовлены итальянской компанией.

Из общего числа 104 наборов данных только 27 могли быть рассмотрены как часть нормального распределения на 95 % уровне вероятности, используя испытание Шапиро-Уилк. Ситуация улучшилась после исключения выбросов (47 наборов соответствовали нормальному распределению). Распределение средних значений было найдено нормальным в большинстве случаев.

Результаты были статистически проанализированы по [2] и [3] с использованием специального программного обеспечения. Были рассчитаны консенсусные значения и прецизионности различных методов в терминах повторяемости  $r$  и воспроизводимости  $R$ , пределы, а также повторяемость коэффициента вариации  $C_{V,r}$  и воспроизводимость коэффициента вариации  $C_{V,R}$ . По [2] были отброшены статистические выбросы, идентифицированные с помощью испытаний Кохрена и Граббса, совместно с результатами LC0004 для метода 4 и результатами LC0005 для DIDP в методах с 1 по 4, которые были идентифицированы как выбросы по статистике Мандела. По [3] все результаты испытаний были сохранены и использованы для обычной статистической обработки. Эти два альтернативных подхода дали результаты, которые можно считать хорошо согласованными. Как правило, различия были менее 35 %, за исключением нескольких случаев.

При определении фталатов минимальный и максимальный коэффициенты вариации повторяемости были получены в методе 4 (3 % и 23,5 %, соответственно). Минимальное значение коэффициента вариации воспроизводимости 19,4 % было получено методом 3, максимальное значение 189,2 % — методом 2. Результаты показали, что все четыре метода для фталатов и характеристики лабораторий должны быть существенно улучшены. Наблюдаются высокие величины коэффициентов вариации воспроизводимости связаны с плохой повторяемостью в нескольких лабораториях и с большим разбросом средних значений, рассчитанных в 13 лабораториях.

Две пробы, одна из которых изготовлена из ПВХ (Е), а другая — из хлопчатобумажного материала с ПВХ (А), были приготовлены из одной и той же партии пластизола. Результаты хорошо согласовывались, когда концентрации фталатов были выражены в мг фталата на кг ПВХ.

Наилучшим методом относительно извлечения фталатов оказался метод 4, основанный на тетрагидрофуране. Наихудшим был признан метод 2. Практически одна и та же эффективность экстракции была показана методами 1 и 3.

Метод 5 для количественного определения ПВХ показал хорошую прецизионность, поэтому может быть рассмотрен в качестве подходящего для проб из хлопчатобумажных материалов с ПВХ. Коэффициенты вариации повторяемости и воспроизводимости найдены равными 0,6 % и 1,4 % соответственно. Эти величины согласуются со значениями, полученными в случае аналогичных методов растворения, подтвержденных в контексте количественного определения бинарных смесей волокон.

Даже если совместное пробное испытание не было квалификационным, характеристики участвующих лабораторий были оценены. Лаборатории LC0003 и LC0008 показали наилучшие характеристики: их были почти во всех случаях хорошими ( $|z|<1$ ) или по меньшей мере удовлетворительными ( $|z|<2$ ). Совсем наоборот, лаборатории LC0004 и LC0005 продемонстрировали наихудшие характеристики: они показали  $z$ -показатели соответственно 25 и 17, рассмотренные как сомнительные или неудовлетворительные из 104 наборов данных.

После исключения выбросов метод 4 показал 6,2 % сомнительных и неудовлетворительных  $z$ -показателей. Методы 2, 1 и 3 показали соответственно 5,9 %, 3,7 % и 3,7 % (см. таблицы с D.1 по D.8).

#### D.2 Результаты совместных пробных испытаний при использовании методов с 1 по 4

Пробные испытания были проведены для целей разработки метода испытаний ИСО.

Таблица D.1 — Результаты совместных пробных испытаний при использовании методов с 1 по 4 (определение DIBP и DBP)

Про- ба	Ме- тод	DIBP						DBP					
		Выб- брос	Сред- нее, мг/кг	$r$ , мг/кг	$C_{V,r}$ %	$R$ , мг/кг	$C_{VR}$ %	Выб- рос	Среднее, мг/кг	$r$ , мг/кг	$C_{V,r}$ %	$R$ , мг/кг	$C_{VR}$ %
A	1	1	3256,5	353,5	10,9	2104,0	64,6	0	713,3	71,2	10,0	594,7	83,4
	2	3	2554,1	199,3	7,8	912,4	35,7	1	566,5	62,5	11,0	615,3	108,6
	3	0	3379,1	373,1	11,0	1553,4	46,0	0	736,7	86,1	11,7	565,8	76,8
	4	1	3632,3	406,4	11,2	1441,9	39,7	2	738,3	54,6	7,4	551,2	74,7
B	1	1	120,7	17,4	14,4	108,1	89,6	—					
	2	1	100,6	17,1	17,0	92,6	92,1						
	3	2	135,8	22,4	16,5	133,8	98,5						
	4	2	116,1	12,3	10,6	79,5	68,5						
C	1	—						0	133,9	14,9	11,1	146,3	109,3
	2							0	112,8	18,6	16,5	148,5	131,6
	3							0	143,5	18,7	13,0	158,6	110,6
	4							1	136,3	25,7	18,9	170,2	124,9
D	1	0	579,7	76,3	13,2	433,8	74,8	0	3434,2	369,5	10,8	2943,9	85,7
	2	0	535,4	61,8	11,5	702,4	131,2	0	2702,2	251,5	9,3	2337,6	86,5
	3	0	642,7	70,9	11,0	533,5	83,0	1	3217,3	332,5	10,3	2437,6	75,8
	4	5	635,8	19,0	3,0	331,0	52,1	3	3503,0	290,8	8,3	2989,1	85,3
E	1	0	3758,0	424,7	11,3	2823,0	75,1	0	776,2	74,5	9,6	534,8	68,9
	2	2	2428,2	155,2	6,4	1190,5	49,0	0	605,9	56,7	9,4	529,4	87,4
	3	1	3534,8	430,7	12,2	2235,2	63,2	0	787,8	78,7	10,0	607,3	77,1
	4	1	4158,9	382,0	9,2	1968,6	47,3	2	803,0	54,5	6,8	640,9	79,8

Таблица D.2 — Результаты совместных пробных испытаний при использовании методов с 1 по 4 (определение BBP и DEHP)

Про- ба	Ме- тод	BBP						DEHP					
		Выб- брос	Сред- нее, мг/кг	$r$ , мг/кг	$C_{V,r}$ %	$R$ , мг/кг	$C_{VR}$ %	Выб- рос	Сред- нее, мг/кг	$r$ , мг/кг	$C_{V,r}$ %	$R$ , мг/кг	$C_{VR}$ %
A	1	0	131,1	19,7	15,0	132,4	101,0	—					
	2	0	73,7	9,2	12,5	75,0	101,7						
	3	0	129,0	12,4	9,6	144,8	112,3						
	4	2	183,4	14,9	8,1	177,1	96,5						

Окончание таблицы D.2

Проба	Метод	BVR						DEHP					
		Выброс	Среднее, мг/кг	т., мг/кг	C <sub>V,R</sub> %	R, мг/кг	C <sub>V,R</sub> %	Выброс	Среднее, мг/кг	т., мг/кг	C <sub>V,R</sub> %	R, мг/кг	C <sub>V,R</sub> %
B	1	1	3788,2	523,3	13,8	1517,1	40,1	0	848,3	139,6	16,5	680,9	80,3
	2	1	2590,9	314,5	12,1	3086,9	119,1	1	795,8	104,4	13,1	762,1	95,8
	3	0	4088,3	440,9	10,8	2120,5	51,9	0	888,2	81,5	9,2	846,8	95,3
	4	2	4620,8	325,7	7,1	1457,2	31,5	1	982,8	90,1	9,2	907,1	92,3
C	1	—						0	4028,0	318,4	7,9	3081,3	76,5
	2	—						0	3339,2	670,0	20,1	1866,6	55,9
	3	—						1	3835,8	438,3	11,4	2178,5	56,8
	4	—						1	4560,6	692,6	15,2	2775,0	60,9
D	1	1	755,1	54,5	7,2	429,6	56,9	1	217,4	15,5	7,1	199,9	1
	2	0	520,9	65,2	12,5	497,9	95,6	2	172,8	9,5	5,5	210,1	2
	3	1	797,0	101,1	12,7	375,4	47,1	0	219,0	39,0	17,8	232,5	3
	4	1	1113,9	171,9	15,4	1640,7	147,3	1	242,5	10,5	4,3	273,5	4
E	1	1	147,7	14,5	9,8	156,9	106,2	—					
	2	2	77,8	6,2	7,9	71,0	91,3	—					
	3	0	15,7	26,3	16,9	203,0	130,4	—					
	4	1	194,2	17,7	9,1	175,5	90,4	—					

Таблица D.3 — Результаты совместных пробных испытаний при использовании методов с 1 по 4 (определение DNOP и DIDP)

Проба	Метод	DNOP						DIDP					
		Выброс	Среднее, мг/кг	т., мг/кг	C <sub>V,R</sub> %	R, мг/кг	C <sub>V,R</sub> %	Выброс	Среднее, мг/кг	т., мг/кг	C <sub>V,R</sub> %	R, мг/кг	C <sub>V,R</sub> %
A	1	1	949,3	80,4	8,5	774,2	81,6	2	459,8	53,4	11,6	307,9	67,0
	2	1	743,8	93,6	12,6	608,1	81,8	2	405,8	63,0	15,5	323,0	79,6
	3	0	853,8	79,7	9,3	637,6	74,7	2	440,6	35,7	8,1	307,1	69,7
	4	1	915,6	134,4	14,7	598,1	65,3	2	463,2	75,0	16,2	337,4	72,8
B	1	1	4370,4	476,8	10,9	2101,1	48,1	—					
	2	1	3562,4	312,9	8,8	1191,9	33,5	—					
	3	0	4223,5	418,9	9,9	2036,5	48,2	—					
	4	1	4574,3	620,8	13,6	1575,1	34,4	—					
C	1	0	209,3	27,8	13,3	326,9	156,2	3	931,9	95,5	10,3	364,6	39,1
	2	0	166,8	28,1	16,8	279,3	167,4	1	1135,7	87,0	7,7	2149,1	189,2
	3	2	201,0	29,6	14,7	309,3	153,9	1	1174,1	234,7	20,0	1563,5	133,2
	4	3	218,3	51,3	23,5	362,3	165,9	3	1385,1	211,7	15,3	1636,5	118,2
D	1	—						1	4611,1	647,8	14,1	2004,9	43,5
	2	—						1	4017,5	451,4	11,2	1596,3	39,7
	3	—						2	4685,4	624,2	13,3	2431,3	51,9
	4	—						3	4527,3	497,3	11,0	5007,4	110,6

Окончание таблицы D.3

Проба	Метод	DNOP						DINP					
		Выброс	Среднее, мг/кг	$r$ , мг/кг	$C_{V,r}$ %	$R$ , мг/кг	$C_{V,R}$ %	Выброс	Среднее, мг/кг	$r$ , мг/кг	$C_{V,r}$ %	$R$ , мг/кг	$C_{V,R}$ %
E	1	1	1017,6	89,7	8,8	532,1	52,3	1	535,6	79,2	14,8	385,8	72,0
	2	0	841,2	52,2	6,2	653,0	77,6	1	425,2	90,5	21,3	310,6	73,0
	3	0	960,5	106,0	11,0	606,0	63,1	1	507,8	52,9	10,4	367,1	72,3
	4	1	963,5	185,1	19,2	661,9	68,7	2	501,4	81,2	16,2	400,7	79,9

Таблица D.4 — Результаты совместных пробных испытаний при использовании методов с 1 по 4 (определение DINP)

Проба	Метод	DINP					
		Выброс	Среднее, мг/кг	$r$ , мг/кг	$C_{V,r}$ %	$R$ , мг/кг	$C_{V,R}$ %
A	1	—					
	2	—					
	3	—					
	4	—					
B	1	0	937,0	197,9	21,1	840,4	89,7
	2	1	704,5	110,2	15,7	478,9	68,0
	3	1	890,1	125,8	14,1	571,5	64,2
	4	1	901,7	125,8	14,0	938,8	104,1
C	1	1	4 797,8	533,9	11,1	1 765,0	36,8
	2	1	3 913,3	427,1	10,9	1 783,3	45,6
	3	3	4 225,4	385,2	9,1	820,7	19,4
	4	1	4 550,1	822,8	18,1	3 919,0	86,1
D	1	1	642,7	110,6	17,2	323,0	50,3
	2	1	480,2	59,6	12,4	349,6	72,8
	3	1	641,3	111,3	17,4	546,3	85,2
	4	2	665,7	124,2	18,7	776,0	116,6
E	1	—					
	2	—					
	3	—					
	4	—					

## D.3 Диапазоны коэффициентов вариации повторяемости и воспроизводимости для методов

Таблица D.5 — Повторяемость и воспроизводимость для методов

Метод	$C_{V,r}$ %	$C_{V,R}$ %
1	От 7,1 до 21,1	От 36,8 до 156,2
2	От 5,5 до 21,3	От 33,5 до 189,2
3	От 8,1 до 20,0	От 19,4 до 153,9
4	От 3,0 до 23,5	От 31,5 до 165,9

## D.4 Сравнение результатов, рассчитанных как мг фталата на кг ПВХ для образцов А и Е

Таблица D.6 — Сравнение результатов четырех методов

Проба	Метод	DIBP, мг/кг	DBP, мг/кг	VBP, мг/кг	DNOP, мг/кг	DIDP, мг/кг
A	1	3664,3	802,6	147,5	1068,2	517,4
	2	2874,0	637,5	83,0	836,9	456,7
	3	3802,3	829,0	145,1	960,7	495,7
	4	4087,3	830,7	206,4	1030,3	521,3
E	1	3758,0	776,2	147,7	1017,6	535,6
	2	2428,2	605,9	77,8	841,2	425,2
	3	3534,8	787,8	155,7	960,5	507,8
	4	4158,9	803,0	194,2	963,5	501,4

## D.5 Теоретическое извлечение фталатов

Таблица D.7 — Теоретическое извлечение фталатов (DIBP, DBP, VBP и DEHP)

Проба	Метод	DIBP			DBP			VBP			DEHP		
		Предполагаемое, мг/кг	Среднее, мг/кг	Извлечение, %	Предполагаемое, мг/кг	Среднее, мг/кг	Извлечение, %	Предполагаемое, мг/кг	Среднее, мг/кг	Извлечение, %	Предполагаемое, мг/кг	Среднее, мг/кг	Извлечение, %
A	1	5018,0	3664,3	73,0	1012,0	802,6	79,3	212,0	147,5	69,9	—		
	2	5018,0	2874,0	57,3	1012,0	637,5	63,0	212,0	83,0	39,1			
	3	5018,0	3802,3	75,8	1012,0	829,0	81,9	212,0	145,1	68,4			
	4	5018,0	4087,3	81,5	1012,0	830,7	82,1	212,0	206,4	97,4			
B	1	210,0	135,9	64,7	—			5042,0	4264,6	84,6	1012,0	955,0	94,4
	2	210,0	113,2	53,9				5042,0	2916,7	57,8	1012,0	895,8	88,5
	3	210,0	152,9	72,8				5042,0	4602,3	91,3	1012,0	999,9	98,8
	4	210,0	130,7	62,2				5042,0	5201,9	103,2	1012,0	1106,3	109,3
C	1	—			230,0	151,8	66,0	—			5020,0	4566,9	91,0
	2				230,0	127,9	55,6				5020,0	3786,0	75,4
	3				230,0	162,7	70,7				5020,0	4349,0	86,6
	4				230,0	154,5	67,2				5020,0	5170,8	103,0
D	1	1015,0	661,5	65,2	5015,0	3919,0	78,1	1010,0	861,7	85,3	211,0	248,1	117,6
	2	1015,0	611,0	60,2	5015,0	3083,6	61,5	1010,0	594,5	58,9	211,0	197,2	93,4
	3	1015,0	733,4	72,3	5015,0	3671,5	73,2	1010,0	909,5	90,9	211,0	250,0	118,5
	4	1015,0	725,6	71,5	5015,0	3997,5	79,7	1010,0	1271,2	125,9	211,0	275,8	131,2
E	1	5018,0	3758,0	74,9	1012,0	776,2	76,7	212,0	147,7	69,7	—		
	2	5018,0	2428,2	48,4	1012,0	605,9	59,9	212,0	77,8	36,7			
	3	5018,0	3534,8	70,4	1012,0	787,8	77,8	212,0	155,7	73,4			
	4	5018,0	4158,9	82,9	1012,0	803,0	79,3	212,0	194,2	91,6			

Таблица D.8 — Теоретическое извлечение фталатов (DNOP, DIDP и DINP)

Проба	Метод	DNOP			DIDP			DINP		
		Предпо- лагаемое, мг/кг	Сред- нее, мг/кг	Извле- чение, %	Предпо- лагаемое, мг/кг	Сред- нее, мг/кг	Извле- чение, %	Предпо- лагаемое, мг/кг	Среднее, мг/кг	Извле- чение, %
A	1	1057,0	1068,2	101,1	521,0	517,4	99,3	—		
	2	1057,0	836,9	79,2	521,0	456,7	87,7			
	3	1057,0	960,7	90,9	521,0	495,7	95,1			
	4	1057,0	1030,3	97,5	521,0	521,3	100,1			
B	1	5005,0	4920,0	98,3	—			1012,0	1054,9	103,4
	2	5005,0	4010,4	80,1				1012,0	793,0	77,7
	3	5005,0	4754,6	95,0				1012,0	1002,1	98,2
	4	5005,0	5149,5	102,9				1012,0	1015,1	99,5
C	1	212,0	237,3	111,9	1018,0	1056,6	103,8	5005,0	5439,7	108,7
	2	212,0	189,1	89,2	1018,0	1287,6	126,5	5005,0	4436,9	88,6
	3	212,0	227,9	107,5	1018,0	1331,2	130,8	5005,0	4790,7	95,7
	4	212,0	247,5	116,8	1018,0	1570,4	154,3	5005,0	5158,9	103,1
D	1	—			5005,0	5262,0	105,1	515,0	733,4	142,4
	2				5005,0	4584,6	91,6	515,0	548,0	106,4
	3				5005,0	5346,8	106,8	515,0	731,9	142,1
	4				5005,0	5166,4	103,2	515,0	759,7	147,5
E	1	1057,0	1017,6	96,3	521,0	535,6	102,8	—		
	2	1057,0	841,2	79,6	521,0	425,2	81,6			
	3	1057,0	960,5	90,9	521,0	507,8	97,5			
	4	1057,0	963,5	91,2	521,0	501,4	96,2			

### Библиография

- [1] ISO 1833-1. Textiles — Quantitative chemical analysis — Part 1: General principles of testing (ГОСТ ISO 1833-1, Материалы текстильные. Количественный химический анализ. Часть 1. Общие принципы испытаний)
- [2] ISO 5725-2. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (ГОСТ Р ИСО 5725-2, Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений)
- [3] ISO 5725-5. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method (ГОСТ Р ИСО 5725-5, Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений)

---

УДК 677.016:006.354

OKC 59.060.01

Ключевые слова: текстильные материалы, фталаты, содержание, определение, метод, тетрагидрофuran, образец, процедура, измерение, результат, протокол

---

Редактор *И.В. Гоголь*

Технический редактор *В.Ю. Фотиева*

Корректор *В.И. Варенцова*

Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 06.05.2016. Подписано в печать 19.05.2016. Формат 60×841%. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,13. Тираж 31 экз. Зак. 1307.

---

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» 123995 Москва, Гранатный пер., 4  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)