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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34857—
2022

СОСКИ ДЕТСКИЕ

Определение агидола-2, цимата
методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 181 «Игрушки и товары для детства»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 8 июня 2022 г. № 152-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июня 2022 г. № 552-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34857—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2023 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022



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

СОСКИ ДЕТСКИЕ**Определение агидола-2, цимата
методом высокоэффективной жидкостной хроматографии**

Baby teats.

Determination of aghidol-2, cymate by high performance liquid chromatography

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовых концентраций агидола-2 и цимата, выделяемых из материала детских сосок, в водной вытяжке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Допустимое количество миграции (ДКМ) в водные вытяжки для агидола-2 составляет 2,0 мг/дм³, для цимата — 0,05 мг/дм³ (для изделий из резины).

Диапазон определяемых концентраций для агидола-2 составляет от 1,0 до 4,0 мг/дм³, для цимата — от 0,02 до 0,100 мг/дм³.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

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 и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Агидол-2 и цимат определяют в водной вытяжке из сосок высокоэффективной жидкостной хроматографией с УФ-детектированием при длине волны 280 нм (для агидола-2) и 254 нм (для цимата). Их наличие подтверждают сравнением УФ-спектра пика образца, произведенного детектором диодной матрицы, со спектром пика, полученным на стандартных образцах веществ.

4 Аппаратура, средства измерений, вспомогательные устройства

4.1 Высокоэффективный жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым диодно-матричным детектором (UV/DAD-детектор) с погрешностью выходного сигнала по площадям пиков менее 1 %.

4.2 Хроматографические колонки для ВЭЖХ

4.2.1 Колонка хроматографическая с обращенной фазой для определения агидола-2 длиной 250 мм, внутренним диаметром 4 мм и размером частиц неподвижной фазы 5 мкм.

Примечание — Подходящей является колонка Hypersil ODS-C18.

4.2.2 Колонка хроматографическая с обращенной фазой для определения цимата длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм и размером частиц неподвижной фазы 5 мкм.

Примечание — Подходящей является колонка Hypersil BDS-C18.

4.3 Весы специального класса точности с действительной ценой деления шкалы 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

4.4 Сосуд стеклянный для экстракции с притертой пробкой или плотно завинчивающейся крышкой вместимостью 250 см³ с горловиной, подходящей для помещения испытуемых образцов.

4.5 Колба круглодонная вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

4.6 Воронка делительная вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

4.7 Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 см³ по ГОСТ 1770.

4.8 Пипетка вместимостью 5 см³ по ГОСТ 29228.

4.9 Эксикатор по ГОСТ 25336.

4.10 Испаритель ротационный.

4.11 Допускается использовать другую аппаратуру с техническими характеристиками и средства измерения с метрологическими характеристиками не хуже вышеуказанных.

5 Реактивы и материалы

5.1 Вода деионизированная первой степени чистоты и дистиллированная третьей степени чистоты по ГОСТ ISO 3696.

5.2 Ацетонитрил для ВЭЖХ чистотой не менее 99,9 %.

5.3 Дихлорметан квалификации для ВЭЖХ.

5.4 Агидол-2 с содержанием основного вещества не менее 99 %.

5.5 Цимат с содержанием основного вещества не менее 98,1 %.

6 Отбор и подготовка образцов

6.1 Общие положения

Во избежание любого загрязнения с пробами и испытуемыми образцами работают только в подходящих перчатках (кроме резиновых перчаток).

Пробы и испытуемые образцы следует хранить в плотно закрытых контейнерах, защищающих от возможных загрязнений и воздействия солнечных лучей.

6.2 Количество образцов сосок для испытания

Для испытания отбирают количество сосок, необходимое для получения 100 см³ вытяжки, исходя из соотношения площади поверхности образца к объему модельной среды 1:1.

6.3 Подготовка образцов

Перед испытанием промывают образцы проточной водой в течение 10 мин, ополаскивают дистиллированной водой и кипятят в течение (10 ± 1) мин в дистиллированной воде третьей степени чистоты по ГОСТ ISO 3696. После кипячения ополаскивают дистиллированной водой и до испытания хранят в эксикаторе.

6.4 Приготовление вытяжки

Разрезают соски на две части по главной оси. Для вычисления площади поверхности выкладывают кусочки на миллиметровую бумагу и отмечают границы. Сумма площадей, отмеченных на бумаге, составит площадь поверхности образца.

Помещают кусочки в стеклянный сосуд для экстракции, добавляют (100 ± 1) см³ дистиллированной воды таким образом, чтобы они были полностью покрыты жидкостью, и выдерживают в течение $(24,0 \pm 0,5)$ ч при температуре (40 ± 2) °С.

7 Подготовка аппаратуры

Включают жидкостной хроматограф согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают рабочие режимы для колонки и детектора. Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 40—60 мин.

8 Градуировка

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Основные стандартные растворы агидола-2 и цимата концентрацией 1000 мг/дм³

Взвешивают по 0,1 г агидола-2 и цимата с точностью $\pm 0,0001$ г, растворяют в 20 см³ ацетонитрила в мерных колбах вместимостью 100 см³ до полного растворения и доводят до метки растворителем. Срок хранения — не более 6 мес в холодильнике.

8.1.2 Рабочий стандартный раствор цимата с концентрацией 100 мг/дм³

5,0 см³ основного стандартного раствора цимата пипеткой вместимостью 5 см³ вносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора до метки ацетонитрилом. Срок хранения — не более 1 мес в холодильнике.

8.1.3 Приготовление градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см³ (для агидола-2—25 см³) наливают определенные количества рабочего стандартного раствора цимата концентрацией 100 мг/дм³ и основного стандартного раствора агидола-2 концентрацией 1000 мг/дм³ и доводят раствор до метки ацетонитрилом.

Массовые концентрации агидола-2 и цимата в полученных градуировочных растворах, а также необходимые объемы рабочего и основного стандартных растворов, которые требуются для их получения, приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Приготовление градуировочных растворов для построения градуировочных зависимостей

Наименование	Номер градуировочного раствора				
	1	2	3	4	5
Агидол-2					
Объем основного стандартного раствора концентрацией 1000 мг/дм ³ , см ³	2,50	3,75	5,00	7,50	10,00
Объем разбавителя — ацетонитрила, см ³	22,50	21,25	20,00	17,50	15,00
Концентрация полученного градуировочного раствора, мг/дм ³	100	150	200	300	400
Цимат					
Объем рабочего стандартного раствора концентрацией 100 мг/дм ³	1,25	2,00	2,50	4,00	5,00
Объем разбавителя — ацетонитрила, см ³	48,75	48,00	47,05	46,00	45,00
Концентрация полученного градуировочного раствора, мг/дм ³	2,5	4,0	5,0	8,0	10,0

8.2 Построение градуировочных зависимостей

8.2.1 Условия хроматографирования

Полученные градуировочные растворы анализируют на жидкостном хроматографе, начиная с самой низкой концентрации. Каждый градуировочный раствор испытывают дважды при следующих условиях хроматографирования:

а) для агидола-2:

1) состав подвижной фазы — элюент А (ацетонитрил)/элюент В (деионизированная вода), градиентный режим элюирования по программе, приведенной в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Программа градиентного режима элюирования

Время, мин	Состав подвижной фазы		Скорость элюирования, см ³ /мин
	Элюент А (ацетонитрил), %	Элюент В (деионизированная вода), %	
0,0	70	30	0,8
10,0	90	10	0,8
16,5	70	30	0,8

При необходимости подвижную фазу дегазируют,

- 2) объем вводимого образца — 20 мкл,
- 3) температура колонки — (25 ± 5) °С,
- 4) длина волны — 280 нм,
- 5) ширина щели — 4 нм,
- 6) время анализа — 16,5 мин,
- 7) время выхода агидола-2 — $(12,4 \pm 0,3)$ мин;

б) для цимата:

1) состав подвижной фазы — ацетонитрил/деионизированная вода в соотношении 80:20, изократический режим, при необходимости подвижную фазу дегазируют,

- 2) скорость подачи подвижной фазы — 0,6 см³/мин,
- 3) объем вводимого образца — 20 мкл,
- 4) температура колонки — (25 ± 5) °С,
- 5) длина волны — 254 нм,
- 6) ширина щели — 4 нм,
- 7) время анализа — 9 мин,
- 8) время выхода цимата — $(4,4 \pm 0,3)$ мин.

8.2.2 Установление градуировочных характеристик

При построении градуировочной зависимости на оси абсцисс откладывают концентрацию вещества в растворе, по оси ординат — соответствующее среднее значение площади пиков, полученных при параллельных измерениях.

По полученным данным методом наименьших квадратов рассчитывают коэффициенты регрессии a и b градуировочной зависимости, определяемой формулой

$$y = b \cdot x + a, \quad (1)$$

где b и a — коэффициенты регрессии градуировочной зависимости;

x — концентрация агидола-2 или цимата в градуировочном растворе.

8.3 Контроль стабильности градуировочной зависимости

Контроль градуировочной зависимости осуществляют каждый раз перед началом испытаний.

Градуировочную зависимость считают пригодной, если при испытании контрольного раствора с заданной концентрацией относительное расхождение между значением концентрации, найденным по градуировочной зависимости, и значением концентрации, приписанным контрольному раствору, не превысит норматива стабильности K , значения которого приведены в таблице 3:

$$\frac{|C - C_k|}{C_k} \cdot 100 \% \leq K, \quad (2)$$

где C — значение концентрации, найденное по градуировочной зависимости, мг/дм³;
 C_k — значение концентрации, приписанное контрольному раствору, мг/дм³.

Таблица 3 — Нормативы стабильности градуировочных зависимостей

Вещество	Норматив стабильности, %	Концентрация контрольного раствора, мг/дм ³
Агидол-2	3,63	150,0
	2,11	300,0
Цимат	2,18	4,00
	1,29	8,00

В противном случае строят новый градуировочный график.

9 Проведение испытания

Экстрагируют 100 см³ приготовленной по 6.4 вытяжки по 3 мин в делительной воронке дважды, используя 20 см³ дихлорметана на каждую экстракцию. Собирают объединенные экстракты в круглодонную колбу для выпаривания растворителя и полностью удаляют его на ротационном испарителе. Сухой остаток растворяют в 1 см³ ацетонитрила и хроматографируют на жидкостном хроматографе, используя условия по 8.2.1. По градуировочным графикам находят содержание веществ в пробе. Проводят два параллельных определения.

10 Вычисления

Вычисляют концентрацию агидола-2 или цимата в водной вытяжке X , мг/дм³, по формуле

$$X = \frac{V \cdot C}{V_1 \cdot Rec}, \quad (3)$$

где V_1 — объем разведения сухого остатка, равный 1,0 см³;

C — концентрация вещества в водной вытяжке, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем вытяжки, взятой для анализа, равный 100,0 см³;

Rec — степень извлечения в относительных единицах, равная 1.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений \bar{X} , вычисляемое по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (4)$$

где X_1 — результат первого параллельного определения;

X_2 — результат второго параллельного определения.

Результат испытания, мг/дм³, можно представить в виде

$$\bar{X} \pm U(X), \quad (5)$$

где \bar{X} — среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, полученное в соответствии с разделом 9 и вычисленное по формуле (4);

$U(X)$ — абсолютное значение максимальной расширенной неопределенности, вычисляемое по формуле

$$U(X) = U \cdot 0,01 \cdot \bar{X}, \quad (6)$$

где U — относительное значение максимальной расширенной неопределенности, равное 13,95 для агидола-2 и 19,376 — для цимата при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат испытания вычисляют с точностью до первого десятичного знака для агидола-2 и с точностью до третьего десятичного знака — для цимата.

11 Прецизионность

Настоящий стандарт обеспечивает определение концентраций агидола-2 и цимата в водных вытяжках в указанном в разделе 1 диапазоне с показателями прецизионности (повторяемости и промежуточной прецизионности), приведенными в таблице 4.

Т а б л и ц а 4 — Относительные значения показателей прецизионности

Диапазон измерений в водной вытяжке, мг/дм ³	Показатель повторяемости $\sigma_{r\%}$, %	Показатель промежуточной прецизионности σ_{r1} , %	Предел повторяемости r , %	Предел промежуточной прецизионности r_1 , %
Агидол-2				
1,0—4,0	4,7	8,9	13,1	25,0
Цимат				
0,025—0,10	3,14	10,59	8,79	29,64

12 Проверка приемлемости результатов измерений

12.1 Проверка приемлемости результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Вычисляют абсолютное расхождение между двумя результатами испытаний, полученными в условиях повторяемости единичных наблюдений $|X_1 - X_2|$, сравнивают его с абсолютным значением предела повторяемости $r_{абс}$, мг/дм³, которое вычисляют по формуле

$$r_{абс} = 0,01 \cdot r \cdot \bar{X}, \quad (7)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета из процентов;

r — относительное значение предела повторяемости, %, указанное в таблице 4;

\bar{X} — среднее арифметическое значение двух результатов единичных определений, мг/дм³.

Если для значения абсолютного расхождения между двумя результатами единичных определений выполняется условие

$$|X_{\max} - X_{\min}| \leq r_{абс}, \quad (8)$$

то оба результата считают приемлемыми и в качестве результата испытания указывают среднее арифметическое значение \bar{X} , вычисленное по формуле (4).

Если абсолютное значение расхождения превышает значение $r_{абс}$, получают еще два результата. Если размах четырех результатов единичных определений равен или меньше критического размаха [формула (9)], то указывают среднее арифметическое значение четырех результатов [формула (12)] как конечный результат

$$|X_{\max} - X_{\min}| \leq CR_{0,95}, \quad (9)$$

где $CR_{0,95}$ — критический размах при доверительной вероятности 0,95, мг/дм³, вычисляемый по формуле

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r \quad (10)$$

где 3,6 — коэффициент критического диапазона для четырех результатов единичных определений;

σ_r — показатель повторяемости, мг/дм³, вычисляемый по формуле

$$\sigma_r = 0,01 \cdot \sigma_{r\%} \cdot \bar{X}, \quad (11)$$

где $\sigma_{r\%}$ — показатель повторяемости, значения которого приведены в таблице 4, %.

$$\bar{X}_{ок} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4}{4}, \quad (12)$$

Если данное условие не выполняется, то следует отказаться от полученных данных, выяснить и устранить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

12.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

Контроль промежуточной прецизионности обязателен после ремонта оборудования или существенных изменений условий проведения испытаний.

После проверки полученных результатов параллельных определений по критерию повторяемости по 12.1 вычисляют среднее арифметическое \bar{X} двух результатов испытаний \bar{X}_1 и \bar{X}_2 соответственно, мг/дм³, по формуле

$$\bar{X} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2}{2}, \quad (13)$$

где \bar{X}_1 и \bar{X}_2 — средние значения, вычисленные для результатов двух параллельных испытаний, полученных по формуле (4) в условиях промежуточной прецизионности.

Вычисляют абсолютное расхождение результатов \bar{X}_1 и \bar{X}_2 и сравнивают с абсолютным значением критического размаха для промежуточной прецизионности $CR_{абс}$, получаемым по формуле

$$CR_{абс} = 0,01 \cdot CR_{0,95} \cdot \bar{X}, \quad (14)$$

где 0,01 — коэффициент для пересчета процентов;

$$CR_{0,95} = \sqrt{r_1^2 - \frac{r^2}{2}}, \quad (15)$$

где r и r_1 — относительные значения пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, приведенные в таблице 4.

Если для значения абсолютного расхождения между результатами выполняется условие

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| < CR_{абс}, \quad (16)$$

то оба конечных результата, полученные в условиях промежуточной прецизионности, считают приемлемыми, и среднее значение \bar{X} , вычисленное по формуле (13), можно использовать в качестве результата испытаний.

При превышении значения $CR_{абс}$ испытания повторяют. При повторном превышении указанного значения должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля.

12.3 Контроль правильности результатов измерений

12.3.1 Процедуру контроля правильности результатов измерений выполняют при наличии стандартного образца с аттестованным значением массовой концентрации агидола-2 и цимата (принятое опорное значение).

12.3.2 Контроль правильности результатов испытаний проводят путем сравнения расхождения результата измерения \bar{X} и принятого опорного значения C с систематической погрешностью Δ , применяемой с целью контроля качества измерений.

Правильность результатов измерений признают удовлетворительной, если

$$|\bar{X} - C| \leq \Delta, \quad (17)$$

$$\Delta = U(X), \quad (18)$$

где \bar{X} — результат измерения, мг/дм³;

C — принятое опорное значение стандартного образца, мг/дм³;

Δ — систематическая погрешность, мг/дм³.

Значения максимальной расширенной неопределенности $U(X)$ вычисляют по формуле (6).

12.3.3 Если условие (17) не выполнено, то измерения повторяют. При повторном превышении указанного предела выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и принимают меры по их устранению.

13 Протокол испытаний

Результаты испытаний оформляют протоколом, содержащим:

- наименование изделия;
- обозначение настоящего стандарта;
- результаты испытаний;
- дату проведения испытаний.

УДК 615.477.84:678.048.5+678.044.44:543.544.5.068.7:006.354

МКС 83.140

Ключевые слова: соски детские, определение агидола-2, цимата, метод высокоэффективной жидкостной хроматографии

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 01.07.2022. Подписано в печать 15.07.2022. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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