

**Республиканское государственное предприятие
на праве хозяйственного ведения
«Казахстанский институт стандартизации и метрологии»
Комитета технического регулирования и метрологии
Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель генерального
директора РГП «КазСтандарт»
Ж.А. Бегайдаров

« 21 » 10 2021 год



**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
УРОВНЯ МИГРАЦИИ, ВЫРАЖЕННОГО В ЕДИНИЦАХ МАССОВОЙ КОНЦЕН-
ТРАЦИИ, В ВОДНЫЕ И ВОЗДУШНЫЕ СРЕДЫ АЦЕТОФЕНОНА, СОДЕРЖАЩЕ-
ГОСЯ В ИЗДЕЛИЯХ ИЗ РЕЗИНО-ЛАТЕКСНЫХ КОМПОЗИЦИЙ, А ТАКЖЕ ПО-
ЛИСТИРОЛА И СОПОЛИМЕРОВ ПОЛИСТИРОЛА**

Введена впервые

Регистрационный номер по реестру ГСИ РК
№2 от 21.10.2021 года

г. Нур-Султан, 2021

1 Назначение и область применения

1.1 Настоящая методика выполнения измерений (МВИ) распространяется на изделия из резино-латексных композиций, полистирола и сополимеров полистирола и устанавливает метод определения ацетофенона в водных и воздушных средах на основе газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием.

1.2 МВИ предназначена для оценки соответствия уровня миграции ацетофенона в водные и воздушные среды требованиям, установленным в технических регламентах Евразийского экономического союза, в том числе в технических регламентах Таможенного союза «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков» (ТР ТС 007/2011) и «О безопасности игрушек» (ТР ТС 008/2011).

1.3 Область распространения – на территории государств-членов Евразийского экономического союза.

2 Требования к показателям точности измерений

Методика обеспечивает получение результатов измерений массовой концентрации ацетофенона в водных и воздушных средах при доверительной вероятности $P = 0,95$ с метрологическими характеристиками – показателями качества, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики МВИ

| Диапазон измерений массовой концентрации ацетофенона | Предел | | Показатели точности измерений с $P = 0,95$ | |
|--|--------------------------|------------------------|--|--|
| | повторяемости, $r_{n=3}$ | воспроизводимости, R | погрешность, δ | расширенная неопределенность $U_{k=2}$ |
| в водных средах, мг/дм³ | | | | |
| От 0,001 до 0,02 включ. | 8 | 20 | 13 | 13 |
| в воздушных средах, мг/м³ | | | | |
| От 0,001 до 0,05 включ. | 16 | 30 | 20 | 20 |

3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

3.1 Средства измерений

Аттестованные растворы (АР) ацетофенона в ацетонитриле по приложениям А и Б по РМГ 60-2003.

Газовый хроматограф, оснащенный масс-спектрометрическим детектором (МСД), устройством для ввода проб с программируемым испарением, дополнительным устройством для термической десорбции сорбционных трубок, программным обеспечением для регистрации и обработки данных.

Допускается использование других видов детекторов с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

Виалы номинальной вместимостью 2; 5 см³ с винтовой крышкой и септой из политетрафторэтилена.

Колбы мерные вместимостью 1-50-2 по ГОСТ 1770.
Микрошприцы номинальной вместимости 10; 100 мм³.
Пипет-дозаторы переменного объема от 100 до 1000 мм³.
Пипет-дозаторы переменного объема от 1000 до 5000 мм³.

3.2 Вспомогательные устройства

Автосэмплер для автоматического ввода жидких проб, паровой фазы и твердофазной микроэкстракции, оснащенный термостатом с функцией перемешивания.

Виалы номинальной вместимостью 20 см³ с обжимной крышкой и септой из политетрафторэтилена.

Держатель волокна ТФМЭ для ручного ввода.

Колонка капиллярная хроматографическая DB-VRX, 30 м×0,25 мм×1,4 мкм, со стационарной фазой средней полярности, обеспечивающая эффективное определение ацетофенона и симметричность пика аналита не более 1,5 и ширину не более 40 с (далее - колонка).

Система пробоотборная для извлечения ацетофенона из водных сред (рисунок 1).

Система пробоотборная для извлечения ацетофенона из воздушных сред (рисунок 2).

Специальное обжимное устройство для крышек – кримпер.

Стеклянные герметично закрывающиеся емкости.

Устройство пробоотборное, обеспечивающее регулируемый интервал скоростей от 20 до 500 см³/мин по СТ РК 2228 или аналогичное.

Шкаф сушильный лабораторный.

3.3 Реактивы, материалы

Ацетонитрил, 99,9%.

Гелий газообразный чистотой не менее 99,995 %.

Вода, дистиллированная по ГОСТ 6709.

Изопропанол, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Волокно для твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ) 65 мкм
Полидиметилсилоксан/Дивинилбензол (ПДМС/ДВБ).

Примечание – Допускается применение других типов средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, обеспечивающих показатели качества измерений, нормируемые по настоящей МВИ.

4 Метод измерения

Измерение массовой концентрации ацетофенона выполняют методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием, в сочетании с твердофазной микроэкстракцией.

Методика предусматривает экстракцию ацетофенона из водных и воздушных сред, контактировавших с образцами анализируемого изделия, волокном для твердофазной микроэкстракции с последующей десорбцией и анализом на газовом хроматографе с масс-спектрометрическим детектированием в режиме мониторинга выбранных ионов m/z 105 (основной ион) и 77 (дополнительный ион).

Связь величины площади хроматографического пика с массовой концентрацией ацетофенона устанавливают с помощью градуировочной характеристики.

5 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;
- при выполнении измерений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.
- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных СП № 168 от 28.02.2015 г.;
- 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 требуется соблюдать правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные в установленном порядке.

По степени воздействия на организм человека ацетофенон (1-фенилэтанон, метилфенилкетон, ацетилбензол, фенилацетон) относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимые концентрации (ПДК) ацетофенона в воде и водных объектах – 0,1 мг/дм³; в атмосферном воздухе – 0,003 мг/м³; класс опасности – III. При взаимодействии с объектами внешней среды ацетофенон стабилен, но может стать неустойчивым при повышенных температуре и давлении.

6 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, квалификация которых обеспечивает высокий уровень выполнения всех операций и правил, предусмотренных настоящей МВИ и имеющих опыт работы на газовом хроматографе с масс-спектрометрическим детектированием.

7 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (630 до 800 мм рт.ст.);
- относительная влажность воздуха от 40 % до 75 %;
- напряжение питающей сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока в сети питания (50 ± 1) Гц;

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Подготовка колонки

Колонку подготавливают к анализу в соответствии с указаниями эксплуатационной документации. При отсутствии шумовых сигналов колонка готова к работе.

8.2 Подготовка хроматографа

Хроматограф подготавливают к анализу в соответствии с указаниями

эксплуатационной документации на применяемый прибор.

8.2.1 Порядок подготовки хроматографа:

- устанавливают колонку, подключают хроматограф и все его узлы;
- устанавливают прямой лайнер для ТФМЭ;
- проверяют устройство для ввода проб на утечки. Переводят устройство для ввода проб в режим «без деления» потока и проверяют общий поток через него, который не должен превышать сумму скорости потока через колонку и скорости продувки прокладки газом-носителем (если имеется) более чем на 30 %;
- проверяют вакуумную систему масс-спектрометра (по ионам m/z 28, 32 и 18). При необходимости устраняют утечку подтяжкой всех соединений, через которые она возможна;
- устанавливают в устройстве для ввода проб скорость потока газа-носителя 50 см³/мин при делении потока 50:1; нагревают термостат колонок хроматографа до температуры
- 240 °С, вводят 1 мм³ изопропанола и выдерживают в течение 15 мин;
- при запуске анализа в автоматическом режиме, устанавливают волокно ТФМЭ в автосамплер;

8.2.2 Задают параметры хроматографирования и детектирования:

- скорость газа-носителя – 1 см³/мин;
- режим подачи газа-носителя – постоянный поток;
- режим ввода пробы – без деления потока;
- активация продувки со скоростью 50 см³/мин через 3 мин;
- температура устройства для ввода проб – 220 °С.

Параметры масс-спектрометрического детектора:

- температура интерфейса – 250 °С;
- задержка растворителя – 6 мин;
- общее время анализа – 10 мин (время детектирования).

8.2.3 Масс-спектры электронного удара анализируемых соединений получают при следующих параметрах:

- энергия ионизирующих электронов – 70 эВ;
- температура источника – 230 °С (рекомендованная производителем);
- температура квадруполя – 150 °С (рекомендованная производителем);
- режим детектирования – мониторинг выбранных ионов (SIM) (таблица 2);
- время сканирования каждого иона – 50 мс;
- напряжение на электронном умножителе выставляется автоматически в ходе внутренней настройки МСД согласно программе, рекомендованной производителем;
- фактор усиления – 1.

Примечание – Допускается использовать режим с делением потока и варьировать деление потока в зависимости от интенсивности полученного отклика ацетофенона.

Параметры программы термостата колонки приведены в таблице 3.

Таблица 2 – Программа детектирования аналита в режиме SIM

| Соединение | Основной ион m/z | Дополнительный ион m/z | Время детектирования, мин |
|------------|--------------------|--------------------------|---------------------------|
| Ацетофенон | 105 | 77 | 3,2 |

Таблица 3 – Программа термостата колонки

| Программа термостата колонки | | |
|-------------------------------|-----------------|---------------|
| Скорость нагрева, °С/мин | Температура, °С | Выдержка, мин |
| | 80 | 2 |
| 20 | 240 | 0 |
| Посткондиционирование колонки | | |
| | 240 | 2 |
| Общее время 10,0 мин | | |

8.3 Подготовка волокна для твердофазной микроэкстракции

Волокно для твердофазной микроэкстракции выдерживают при температуре 220 °С в течение 10 мин в потоке газа-носителя. Для подтверждения отсутствия определяемого соединения, подготовленное волокно анализируют в рабочем режиме хроматографа.

8.4 Приготовление градуировочных растворов

8.4.1 Приготовление градуировочных растворов для измерения ацетофенона в водных средах

Основные растворы ацетофенона готовят путем смешивания аликвоты AP_1 (приложение А) с раствором ацетонитрила:

- раствора А с массовой концентрацией ацетофенона 1 мг/см³;
- раствора Б с массовой концентрацией ацетофенона 0,25 мг/см³;

Схема приготовления основных растворов приведена в таблице 4.

Аликвоты AP_1 , вычисляют по формуле (1):

$$V_{AP_1} = \frac{C_0 \cdot V_0}{C_{AP_1} \cdot 1000} \quad (1)$$

где V_{AP_1} - объем AP_1 , мм³;

C_0 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм³;

V_0 – объем основного раствора, равный 1000 мм³;

C_{AP_1} – массовая концентрация ацетофенона в AP_1 , мг/см³;

1000 – коэффициент перевода C_{AP_1} в нг/мм³.

Таблица 4 – Схема приготовления основных растворов ацетофенона

| | | | | | |
|---|-----|-----|-----|-----|-----|
| Массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм ³ | 5 | 10 | 25 | 50 | 100 |
| объем раствора А, мм ³ | - | - | 25 | 50 | 100 |
| объем раствора Б, мм ³ | 20 | 40 | - | - | - |
| объем ацетонитрила, мм ³ | 980 | 960 | 975 | 950 | 900 |

Для приготовления градуировочных растворов 10 мм³ основного раствора добавляют в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Концентрации и схема приготовления градуировочных растворов приведены в таблице 5.

Концентрации градуировочных растворов, вычисляют по формуле (2):

$$C_1 = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_1 \cdot 1000} \quad (2)$$

где C_1 – массовая концентрация ацетофенона в градуировочном растворе, мг/дм³;
 C_0 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм³;
 V_0 – объем основного раствора, равный 10 мм³;
 V_1 – объем градуировочного раствора, равный 50 см³;
 1000 – коэффициент перевода C_1 в мг/дм³.

Таблица 5 – Схема приготовления градуировочных растворов ацетофенона для определения ацетофенона водных средах

| | | | | | |
|--|-------|-------|-------|------|------|
| Концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм ³ | 5 | 10 | 25 | 50 | 100 |
| Концентрация ацетофенона в градуировочном растворе, мг/дм ³ | 0,001 | 0,002 | 0,005 | 0,01 | 0,02 |

8.4.2 Приготовление градуировочных растворов для измерения ацетофенона в воздушных средах

Основные растворы ацетофенона готовят путем смешивания аликвоты AP₂ с раствором ацетонитрила (приложение Б):

- раствора В с массовой концентрацией ацетофенона 10 нг/мм³;
- раствора Г с массовой концентрацией ацетофенона 1 нг/мм³.

Схема приготовления основных растворов приведена таблице 6.

Аликвоты AP₂, вычисляют по формуле (3):

$$V_{AP_2} = \frac{C_2 \cdot V_2}{C_{AP_2}} \quad (3)$$

где V_{AP_2} – объем AP₂, мм³;
 C_2 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм³;
 V_2 – объем основного раствора, равный 1000 мм³;
 C_{AP_2} – массовая концентрация ацетофенона в AP₂, нг/мм³.

Таблица 6 – Схема приготовления основных растворов ацетофенона

| | | | | | | |
|---|------|------|-----|-----|-----|-----|
| Массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм ³ | 0,02 | 0,04 | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 1,0 |
| объем раствора А, мм ³ | - | - | - | 20 | 40 | 100 |
| объем раствора Б, мм ³ | 20 | 40 | 100 | - | - | - |
| объем ацетонитрила, мм ³ | 980 | 960 | 900 | 980 | 960 | 900 |

Для приготовления градуировочных растворов 1 мм³ основного раствора добавляют в виалу вместимостью 20 см³ и закрывают алюминиевой крышкой, оснащенной септой из полифторэтилена, с использованием кримпера. Оставляют на 15 мин для равномерного распределения ацетофенона по объему виалы.

Концентрации и схема приготовления градуировочных растворов представлены в таблице 7.

Концентрации градуировочных растворов вычисляют по формуле (4):

$$C_3 = \frac{C_2 \times V_2}{V_3 \times 1000} \quad (4)$$

где C_3 – массовая концентрация ацетофенона в градуировочном растворе, мг/м³;

C_2 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм³;

V_2 – объем основного раствора, равный 1 мм³;

V_3 – объем градуировочного раствора, равный 20 см³.

Таблица 7 – Схема приготовления градуировочных растворов для определения ацетофенона в воздушных средах

| | | | | | | |
|---|-------|-------|-------|------|------|------|
| Концентрация ацетофенона в основном растворе, нг/мм ³ | 0,02 | 0,04 | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 1,0 |
| Концентрация ацетофенона в градуировочном растворе, мг/м ³ | 0,001 | 0,002 | 0,005 | 0,01 | 0,02 | 0,05 |

8.5 Установление градуировочной характеристики

8.5.1 Установление градуировочной характеристики для определения ацетофенона в водных средах

8.5.1.1 10 см³ градуировочного раствора (в порядке возрастания концентрации) вводят в виалу вместимостью 20 см³, добавляют 3,5 г натрия хлористого и закрывают виалу обжимной крышкой с септой из полифторэтилена с использованием кримпера. Проводят нагрев виалы в течение 5 мин при 60 °С в термостате и перемешивании со скоростью 500 об/мин. Волокно ТФМЭ устанавливают в держатель для ручного ввода. После нагрева, септу прокалывают защитной иглой волокна ТФМЭ, выставляют сорбционное покрытие с использованием плунжера держателя (приложение В) и проводят экстракцию при 60 °С и перемешивании со скоростью 500 об/мин в течение 20 мин.

8.5.1.2 После экстракции сорбционное покрытие погружают в защитную иглу, поднимая вверх плунжер держателя, переносят в порт ввода проб газового хроматографа и выставляют сорбционное покрытие, опуская плунжер держателя. Запускают процесс хроматографирования через панель управления хроматографа или программное обеспечение. Для проведения десорбции держатель с установленным волокном ТФМЭ выдерживают в инжекторе при 220 °С в течение 3 минут. После проведения десорбции сорбционное покрытие погружают в защитную иглу, поднимая вверх плунжер держателя, и вынимают держатель с установленным волокном ТФМЭ из инжектора газового хроматографа.

8.5.1.3 Для каждого градуировочного раствора выполняют не менее трех измерений с соблюдением идентичных условий.

8.5.1.4 Примеры градуировочных характеристик, оформленных графически, приведены в приложении Г.

8.5.2 Установление градуировочной характеристики для определения ацетофенона в воздушных средах

8.5.2.1 Волокно ТФМЭ устанавливают в держатель для ручного ввода. После нагрева, септу прокалывают защитной иглой волокна ТФМЭ, выставляют сорбционное покрытие с использованием плунжера держателя и проводят экстракцию при 25 °С в течение 10 мин. Далее десорбцию и газохроматографический анализ проводят по 8.5.1.2.

8.5.2.2 При наличии автосэмплера, волокно ТФМЭ устанавливают в держатель волокна автосэмплера и виалы помещают на специализированную подставку газового хроматографа для виал вместимостью 20 см³. Далее задают параметры автосэмплера с использованием программного обеспечения, устанавливают продолжительность экстракции - 10 мин, продолжительность десорбции - 3 мин, продолжительность кондиционирования волокна ТФМЭ - 10 мин и температуру кондиционирования волокна ТФМЭ - 220 °С.

8.5.2.3 Для каждого градуировочного уровня выполняют не менее трех измерений с соблюдением идентичных условий.

8.5.2.4 Газовые градуировочные растворы ацетофенона анализируют сразу после приготовления.

8.5.2.5. Примеры градуировочных характеристик, оформленных графически, приведены в приложении Г.

9 Отбор образцов изделий и подготовка проб водных и воздушных сред

9.1 Отбор проб

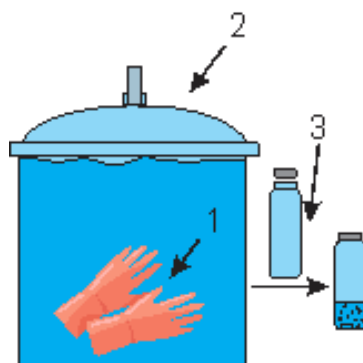
Отбор образцов игрушек и школьно-письменных принадлежностей осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 34446-2018, ГОСТ 18321-73, посуды и столовых приборов из полистирола и сополимеров полистирола по СТ РК ГОСТ Р 50962-2008 или другим документам, устанавливающим требования для конкретного вида изделий.

9.2 Подготовка пробы

9.2.1 Порядок подготовки проб анализируемого изделия для извлечения ацетофенона в водную среду

Пробоподготовку образцов анализируемого изделия проводят согласно приложению Д. Температуру и время пробоподготовки изменяют в зависимости от анализируемого объекта.

Извлечение ацетофенона в водную среду осуществляют в герметичном стеклянном пробоотборнике (рисунок 1), который соответствует размеру образца. В пробоотборник (2) помещают образец (1) и заливают образец водой, соблюдая условия, приведенные в приложении Д. После выдержки анализируемого образца в условиях согласно приложению Д, 10 см³ водной среды переносят в виалу пипет-дозатором (3), добавляют 3,5 г натрия хлористого и закрывают обжимной крышкой с септой из полифторэтилена с использованием кримпера.



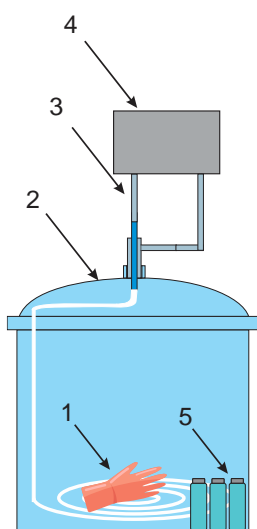
1 – проба, 2 – стеклянный пробоотборник, 3 – виала объемом 20 см³

Рисунок 1 – Система для извлечения ацетофенона в водные среды

9.2.2 Порядок подготовки проб анализируемого изделия для извлечения ацетофенона в воздушную среду.

Пробоподготовку образцов исследуемого изделия проводят согласно приложению Е. Температуру и время пробоподготовки изменяют в зависимости от анализируемого объекта. Пробоотборник (рисунок 2) перед подготовкой пробы кондиционируют при температуре 100 °С в течение 1 ч.

Извлечение ацетофенона в воздушную среду осуществляют в пробоотборнике (2), поддерживающий постоянную рециркуляцию воздушной среды (3) с использованием насоса (4). В пробоотборник помещают анализируемый образец (1) и 3 виалы объемом 20 см³ (5). После выдержки анализируемого образца в условиях согласно Приложению Е виалы закрывают обжимной крышкой с септой из полифторэтилена с использованием кримпера и помещают на специализированную подставку газового хроматографа для виал вместимостью 20 см³.



1 - проба, 2 – пробоотборник, 3 – линия рециркуляции воздуха, 4 – насос, 5 – виала объемом 20 см³

Рисунок 2 – Система для извлечения ацетофенона в воздушные среды

10 Выполнение измерений

При выполнении измерений массовой концентрации ацетофенона в водных и воздушных средах выполняют следующие операции.

10.1 Выполнение измерения массовой концентрации ацетофенона в водных средах

Измерение массовой концентрации ацетофенона в водных средах проводят согласно 8.5.1.1 и 8.5.1.2.

Для каждого изделия выполняют не менее трех измерений и вычисляют среднее значение.

С помощью градуировочного графика находят массовую концентрацию ацетофенона в растворе анализируемой пробы (с учетом холостой пробы).

10.2 Выполнение измерения массовой концентрации ацетофенона в воздушных средах

Измерение массовой концентрации ацетофенона в воздушных средах проводят согласно 8.5.2.1 и 8.5.2.2.

Для каждого изделия выполняют не менее трех измерений и вычисляют среднее значение.

С помощью градуировочного графика находят массовую концентрацию ацетофенона в анализируемой пробе (с учетом холостой пробы).

11 Обработка результатов измерений

11.1 Идентификация ацетофенона

Идентификацию ацетофенона проводят по времени удерживания, которое устанавливают экспериментально путем предварительного измерения 1 мм³ раствора ацетофенона с концентрацией 10 нг/мм³ в режиме полного сканирования ионов в диапазоне m/z 34 – 350 с идентификацией по масс-спектру.

11.2 Расчет уровня миграции ацетофенона

11.2.1 Расчет уровня миграции ацетофенона в водные среды ацетофенона

При помощи программного обеспечения определяют площадь пика ацетофенона на хроматограммах по соответствующим ионам m/z . Результат единичного измерения уровня миграции, выраженного в единицах массовой концентрации, в водные среды ацетофенона вычисляют после интеграции пиков по формуле (5).

Если измеренная величина площади пика превышает максимальное значение площади пика, соответствующего линейному участку градуировочного графика, анализируемые пробы разбавляют водой и уровень миграции ацетофенона, мг/дм³, в водные среды вычисляют после интеграции пиков по формуле (6):

$$C = \frac{S - S_{\text{хол}}}{a} \times k \quad (6)$$

где C – уровень миграции ацетофенона в водные среды, мг/дм³;
 S – площадь пика ацетофенона, у.е.;

$S_{хол}$ – площадь пика ацетофенона, обнаруженного в холостой пробе, у.е.;
 a – тангенс угла наклона градуировочной кривой для водных сред;
 k – коэффициент учета разбавления пробы.

11.2.2 Расчет уровня миграции ацетофенона в воздушные среды ацетофенона

При помощи программного обеспечения определяют площадь пика ацетофенона на хроматограммах по соответствующим ионам m/z . Результат единичного измерения уровня миграции ацетофенона, $мг/м^3$, в воздушные среды вычисляют после интеграции пиков по формуле (5):

$$C = \frac{S - S_{хол}}{a} \quad (5)$$

где C – уровень миграции ацетофенона в воздушные среды, $мг/м^3$;
 S – площадь пика ацетофенона, у.е.;
 $S_{хол}$ – площадь пика ацетофенона, обнаруженного в холостой пробе, у.е.;
 a – тангенс угла наклона градуировочной кривой для воздушных сред.

11.2.3 Результат измерений уровня миграции ацетофенона в водные и воздушные среды \bar{C} , выходящий за границы диапазона измерений, указанного в разделе 1, представляют в виде записи:

- «менее 0,001 $мг/дм^3$ » или «более 0,02 $мг/дм^3$ » в водных средах;
- «менее 0,001 $мг/м^3$ » или «более 0,05 $мг/м^3$ » в воздушных средах.

12 Форма представления результатов измерений

Результат измерения массовой концентрации ацетофенона в водных ($мг/дм^3$) и воздушных ($мг/м^3$) средах в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде (7.1) или (7.2):

$$(\bar{C} \pm \Delta), P = 0,95 \quad (7.1)$$

или

$$(\bar{C} \pm U_{k=2}), P = 0,95 \quad (7.2)$$

где \bar{C} – среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений массовой концентрации ацетофенона, $мг/дм^3$ ($мг/м^3$);

Δ , U – показатели точности в абсолютных единицах измеряемой величины для вероятности $P = 0,95$, рассчитанный по формуле (8.1) или (8.2):

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot \bar{C} \quad (8.1)$$

или

$$U = U_{k=2} \cdot 0,01 \cdot \bar{C}, \quad (8.2)$$

где δ , $U_{k=2}$ – показатели точности по таблице 1, %;

13 Контроль показателей качества МВИ

13.1 Процедура контроля показателей качества МВИ соответствует РМГ 76.

13.2 Оперативный контроль повторяемости

Оперативный контроль повторяемости проводят путем сравнения расхождения наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений (C_1 , C_2 или C_3), полученных при анализе пробы с пределом повторяемости – $r_{n=3}$).

Результаты контроля считают удовлетворительными при условии:

$$|C_1 - C_2| \leq 0,01 \cdot r_{n=3} \cdot \bar{C} \quad (9)$$

$r_{n=3}$ - предел повторяемости по таблице 1.

При превышении значения предела повторяемости измерения повторяют. При повторном превышении предела повторяемости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

13.2 Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб

путем сравнения расхождения между двумя результатами измерений \bar{C}_1 и \bar{C}_2 , полученными с соблюдением условий воспроизводимости, с пределом воспроизводимости R по формуле (10):

$$|\bar{C}_1 - \bar{C}_2| \leq 0,01 \cdot R \cdot \bar{C} \quad (10)$$

где R – предел воспроизводимости по таблице 1, %;

\bar{C} - среднее арифметическое значения результатов независимых измерений массовой концентрации ацетофенона, мг/дм³ (водные среды), мг/м³ (воздушные среды).

При выполнении условия (10) воспроизводимость результатов измерений признают удовлетворительной, при невыполнении - эксперимент повторяют; при повторном невыполнении - измерения приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контрольной процедуры, и устраняют их.

13.3 Оперативный контроль точности МВИ

Оперативный контроль точности проводят с использованием образцов для контроля (ОК) в виде АР (СО), имеющий близкий состав к анализируемой пробе.

Процедура контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры – K_k , равного абсолютному значению разности между результатом контрольного определения массовой концентрации ацетофенона ОК - \bar{C} (среднее арифметическое значение из трех параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости - $r_{n=3}$) и аттестованным значением ОК - X_{am} , с нормативом контроля точности – K .

Процедуру анализа признают удовлетворительной, если выполняется условие:

$$K_k = |\bar{C} - X_{am}| \leq K, \quad (11)$$

где $K = \Delta$.

Приложение А
(обязательное)

МЕТОДИКА
приготовления аттестованных растворов ацетофенона в ацетонитриле
для анализа водных сред

А.1 Назначение и область применения аттестованных растворов

Методика устанавливает порядок приготовления аттестованных растворов ацетофенона в ацетонитриле для анализа водных сред – АР₁, с массовыми концентрациями 1 и 0,25 мкг/мм³.

АР₁ предназначены для метрологического обеспечения измерений ацетофенона в водных средах (установлении градуировочной характеристики и контроль точности результатов измерений).

А.2 Метрологические характеристики аттестованных растворов (АР₁)

Метрологические характеристики АР₁ с вероятностью $P = 0,95$ приведены в таблице А.1:

- аттестуемая характеристика АР₁ - массовая концентрация ацетофенона;
- относительная погрешность аттестованного значения, %.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики АР₁

| Индекс АР ₁ | Аттестованное значение АР ₁ , мг/см ³ | Погрешность аттестованного значения ($P = 0,95$), $\pm \delta$, % |
|------------------------|--|---|
| Раствор А | 1,000 | 1,4 |
| Раствор Б | 0,250 | 1,5 |

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы соответствуют разделу 3 настоящей МВИ.

Ацетофенон, раствор с чистотой 99,9% (ReagentPlus®, Sigma-Aldrich, CAS № 98-86-2). Относительная погрешность – 0,1 %.

А.4 Требования безопасности соответствуют разделу 5 настоящей МВИ.

А.5 Требования к квалификации исполнителей соответствуют разделу 6 настоящей МВИ.

А.6 Процедура приготовления растворов

А.6.1 Расчет необходимого объема реактива ацетофенона для приготовления основного раствора с концентрацией 10 мг/см³ проводят по формуле (А.1):

$$V_{\text{АЦФ}} = \frac{V_0 \cdot C_0 \cdot 1000 \cdot w}{\rho_{\text{АЦФ}}} = \frac{1 \times 10 \times 1000 \times 0,99}{1028} = 9,6 \text{ мм}^3 \quad (\text{А.1})$$

где $V_{\text{АЦФ}}$ – объем реактива ацетофенона, необходимый для приготовления основного раствора, мм³;

V_0 – объем основного раствора, равный 1 см^3 ;

C_0 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, равная 10 мг/см^3 ;

w – массовая доля реактива ацетофенона, равная $0,99$;

1000 – коэффициент перевода объема реактива ацетофенона в мм^3 ;

$\rho_{\text{АЦФ}}$ – плотность реактива ацетофенона, равная 1028 мг/см^3 (по паспорту).

А.6.2 Расчет необходимого объема основного раствора ацетофенона для приготовления раствора А с концентрацией 1 мг/см^3 проводят по формуле (А.2):

$$V_0 = \frac{V_A \cdot C_A}{C_0} = \frac{1 \times 1}{10} = 0,1 \text{ см}^3 = 100 \text{ мм}^3 \quad (\text{А.2})$$

где V_0 – объем основного раствора ацетофенона, необходимый для приготовления раствора А, мм^3 ;

V_A – объем раствора А, равный 1 см^3 ;

C_A – массовая концентрация ацетофенона в растворе А, равная 1 мг/см^3 ;

C_0 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе, мг/см^3 .

А.6.3 Расчет необходимого объема раствора А для приготовления раствора Б с концентрацией $0,25 \text{ мг/см}^3$ проводят по формуле (А.3):

$$V_A = \frac{V_B \cdot C_B}{C_A} = \frac{1 \times 0,25}{1} = 0,25 \text{ см}^3 = 250 \text{ мм}^3 \quad (\text{А.3})$$

где V_A – объем раствора А, мм^3 ;

V_B – объем раствора Б, равный 1 см^3 ;

C_B – массовая концентрация ацетофенона в растворе Б, равная $0,25 \text{ мг/см}^3$;

C_A – массовая концентрация ацетофенона в растворе А, равная 1 мг/см^3 .

А.6.4 Порядок приготовления 1 см^3 основного раствора:

В виалу вместимостью 2 см^3 вносят последовательно:

– 990 мм^3 ацетонитрила, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают ацетонитрилом);

– $9,6 \text{ мм}^3$ реактива ацетофенона, отмеренных микрошприцом, вместимостью 10 мм^3 (микрошприц предварительно промывают реактивом ацетофенона). Виалу закрывают крышкой и перемешивают.

А.6.5 Порядок приготовления 1 см^3 раствора А:

В виалу вместимостью 2 см^3 вносят последовательно:

– 900 мм^3 ацетонитрила, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают метанолом);

– 100 мм^3 основного раствора ацетофенона, отмеренных микрошприцом, вместимостью 100 мм^3 (микрошприц предварительно промывают основным раствором ацетофенона).

Виалу закрывают крышкой и перемешивают.

А.6.6 Порядок приготовления 1 см^3 раствора Б:

В виалу вместимостью 2 см^3 вносят последовательно:

– 750 мм^3 ацетонитрила, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают ацетонитрилом);

– 250 мм^3 раствора А, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают раствором А).

Виалу закрывают крышкой и перемешивают.

А.7 Расчет метрологических характеристик АР₁

А.7.1 Расчет метрологических характеристик основного раствора ацетофенона

Составляющими погрешностями основного раствора ацетофенона (Δ_0) являются:

- погрешность чистоты реактива ацетофенона ($\Delta_{\text{АЦФ}}$), равная 0,1 % (по паспорту);
- погрешность пипет-дозатора ($\Delta_{\text{п-д}}$), равная 0,16 % (по паспорту);
- погрешность микрошприца вместимостью 10 мм³ ($\Delta_{\text{мш}}$), равная 1 % (по паспорту).

$$\Delta_0 = \sqrt{\Delta_{\text{АЦФ}}^2 + \Delta_{\text{п-д}}^2 + \Delta_{\text{мш}}^2} = \sqrt{0,1^2 + 0,16^2 + 1^2} = 1,0 \text{ \%} \quad (\text{A.4})$$

А.7.2 Расчет метрологических характеристик раствора А

Составляющими погрешностями раствора А (Δ_A) являются:

- погрешность основного раствора ацетофенона (Δ_0), равная 1,0 % (см. А.4);
- погрешность пипет-дозатора ($\Delta_{\text{п-д}}$), равная 0,16 % (по паспорту);
- погрешность микрошприца вместимостью 100 мм³ ($\Delta_{\text{мш100}}$), равная 1 % (по паспорту).

$$\Delta_A = \sqrt{\Delta_0^2 + \Delta_{\text{п-д}}^2 + \Delta_{\text{мш100}}^2} = \sqrt{1,0^2 + 0,16^2 + 1^2} = 1,4 \text{ \%} \quad (\text{A.5})$$

А.7.3 Расчет метрологических характеристик раствора Б

Составляющими погрешностями раствора Б (Δ_B) являются:

- погрешность раствора А (Δ_A), равная 1,4% (см.А.5);
- погрешность пипет-дозатора ($\Delta_{\text{п-д}}$), равная 0,16 % (по паспорту).

$$\Delta_B = \sqrt{\Delta_A^2 + \Delta_{\text{п-д}}^2 + \Delta_{\text{п-д}}^2} = \sqrt{1,4^2 + 0,16^2 + 0,16^2} = 1,5\% \quad (\text{A.6})$$

А.8 Требования к упаковке и маркировке

Аттестованные растворы помещают в виалы вместимостью 2 см³. На виалы наклеивают этикетку (наносят маркировку) с указанием: наименования АР₁; аттестованного значения; погрешности аттестованного значения; даты и времени приготовления; срока годности.

А.9 Условия хранения

АР₁ хранят в холодильной камере при температуре (6 ± 2) °С не более 1 недели.

Приложение Б
(обязательное)

МЕТОДИКА
приготовления аттестованных растворов ацетофенона в ацетонитриле
для анализа воздушных сред

Б.1 Назначение и область применения аттестованных растворов

Методика устанавливает порядок приготовления аттестованных растворов ацетофенона в ацетонитриле для анализа воздушных сред – АР₂, с массовыми концентрациями 10 и 1 нг/мм³.

АР₂ предназначены для метрологического обеспечения измерений ацетофенона в воздушных средах (установлении градуировочной характеристики и контроль точности результатов измерений).

Б.2 Метрологические характеристики аттестованных растворов (АР₂)

Метрологические характеристики АР₂ с вероятностью $P = 0,95$ приведены в таблице А.1:

- аттестуемая характеристика АР₂ - массовая концентрация ацетофенона;
- относительная погрешность аттестованного значения, %.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики АР₁

| Индекс АР ₂ | Аттестованное значение АР ₂ , нг/мм ³ | Погрешность аттестованного значения ($P = 0,95$), $\pm \delta$, % |
|------------------------|--|---|
| Раствор В | 10,0 | 1,8 |
| Раствор Г | 1,0 | 2,0 |

Б.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы соответствуют разделу 3 настоящей МВИ.

Ацетофенон, раствор с чистотой 99,9% (ReagentPlus®, Sigma-Aldrich, CAS № 98-86-2). Относительная погрешность – 0,1 %.

Б.4 Требования безопасности соответствуют разделу 5 настоящей МВИ.

Б.5 Требования к квалификации исполнителей соответствуют разделу 6 настоящей МВИ.

Б.6 Процедура приготовления растворов

Б.6.1. Расчет необходимого объема стандарта ацетофенона для приготовления основного раствора №1 с концентрацией 5 мг/см³ проводят по формуле (Б.1):

$$V_{\text{АЦФ}} = \frac{V_I \cdot C_I \cdot 1000 \times w}{\rho_{\text{АЦФ}}} = \frac{1 \times 5 \times 1000 \times 0,99}{1028} = 4,8 \text{ мм}^3 \quad (\text{Б.1})$$

где $V_{\text{АЦФ}}$ – объем реактива ацетофенона, необходимый для приготовления основного раствора, мм³;

V_1 – объем основного раствора № 1, равный 1 см³;

C_1 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе № 1, равная 5 мг/см³;

w – массовая доля реактива ацетофенона в % деленная на 100 %;

$\rho_{\text{АЦФ}}$ – плотность реактива ацетофенона, равная 1028 мг/см³ (по паспорту).

Б.6.2 Расчет необходимого объема основного раствора № 1 для приготовления основного раствора № 2 с концентрацией 100 нг/мм³ проводят по формуле (Б.2):

$$V_1 = \frac{V_2 \cdot C_2}{C_1} = \frac{1 \times 100}{5} = 20 \text{ мм}^3 \quad (\text{Б.2})$$

где V_1 – объем основного раствора ацетофенона № 1, необходимый для приготовления основного раствора №2, мм³;

V_2 – объем основного раствора №2, равный 1 см³;

C_2 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе № 2, равная 100 нг/мм³;

C_1 – концентрация основного раствора № 1, равная 5 мг/см³.

Б.6.3 Расчет необходимого объема основного раствора ацетофенона № 2 для приготовления раствора В с концентрацией 10 нг/мм³ проводят по формуле (Б.3):

$$V_1 = \frac{V_B \cdot C_B}{C_2} = \frac{1 \times 10}{100} = 0,1 \text{ см}^3 = 100 \text{ мм}^3 \quad (\text{Б.3})$$

где V_1 – объем основного раствора ацетофенона № 2, необходимый для приготовления раствора В, мм³;

V_B – объем раствора А, равный 1 см³;

C_B – массовая концентрация ацетофенона в растворе В, равная 10 нг/мм³;

C_2 – массовая концентрация ацетофенона в основном растворе №2, нг/мм³.

Б.6.4 Расчет необходимого объема раствора В для приготовления раствора Г с концентрацией 1 нг/мм³ проводят по формуле (Б.4):

$$V_B = \frac{V_G \cdot C_G}{C_B} = \frac{1 \times 1}{10} = 0,1 \text{ см}^3 = 100 \text{ мм}^3 \quad (\text{Б.4})$$

где V_B – объем раствора В, необходимый для приготовления раствора Г, мм³;

V_G – объем раствора Г, равный 1 см³;

C_G – массовая концентрация ацетофенона в растворе Г, равная 1 нг/мм³;

C_B – массовая концентрация ацетофенона в растворе В, равная 10 нг/мм³;

Б.6.5 Порядок приготовления 1 см³ основного раствора № 1 с концентрацией 5 мг/см³.

В вialу вместимостью 2 см³ вносят последовательно:

– 995 мм³ ацетонитрила, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают ацетонитрилом);

– 4,8 мм³ стандарта ацетофенона, отмеренных микрошприцом, вместимостью 10 мм³ (микрошприц предварительно промывают реактивом ацетофенона).

Вialу закрывают крышкой и перемешивают.

Б.6.6 Порядок приготовления 1 см³ основного раствора № 2 с концентрацией 100 нг/мм³.

– 980 мм³ ацетонитрила, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают ацетонитрилом) вносят в вialу вместимостью 2 см³;

– 20 мм³ основного раствора ацетофенона № 1, отмеренных микрошприцом, вместимостью 100 мм³ (микрошприц предварительно промывают основным раствором № 1).

Вialsу закрывают крышкой и перемешивают.

Б.6.6 Порядок приготовления 1 см³ раствора В.

- 900 мм³ ацетонитрила, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают ацетонитрилом) вносят в виалу вместимостью 2 см³;
- 100 мм³ основного раствора ацетофенона №2, отмеренных микрошприцом, вместимостью 100 мм³ (микрошприц предварительно промывают основным раствором №2).

Вialsу закрывают крышкой и перемешивают.

Б.6.7 Порядок приготовления 1 см³ раствора Г.

В виалу вместимостью 2 см³ вносят последовательно:

- 900 мм³ ацетонитрила, отмеренных пипет-дозатором (дозатор предварительно промывают ацетонитрилом);
- 100 мм³ раствора В, отмеренных микрошприцом, вместимостью 100 мм³ (микрошприц предварительно промывают раствором В).

Вialsу закрывают крышкой и перемешивают.

Б.7 Расчет метрологических характеристик АР₂

Б.7.1 Расчет метрологических характеристик основного раствора № 1

Составляющими погрешностями основного раствора ацетофенона № 1 (Δ_1) являются:

- погрешность чистоты реактива ацетофенона ($\Delta_{АЦФ}$), равная 0,1 % (по паспорту);
- погрешность пипет-дозатора ($\Delta_{п-д}$), равная 0,16 % (по паспорту);
- погрешность микрошприца вместимостью 10 мм³ ($\Delta_{ми}$), равная 1 % (по паспорту).

$$\Delta_1 = \sqrt{\Delta_{АЦФ}^2 + \Delta_{п-д}^2 + \Delta_{ми}^2} = \sqrt{0,1^2 + 0,16^2 + 1^2} = 1,0 \text{ \%} \quad (\text{Б.5})$$

Б.7.2 Расчет метрологических характеристик основного раствора № 2

Составляющими погрешностями основного раствора ацетофенона № 2 (Δ_2) являются:

- погрешность основного раствора ацетофенона № 1 (Δ_1), равная 1,0 % (см. Б.5);
- погрешность пипет-дозатора ($\Delta_{п-д}$), равная 0,16 % (по паспорту);
- погрешность микрошприца вместимостью 100 мм³ ($\Delta_{ми}$), равная 1 % (по паспорту).

$$\Delta_2 = \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_{п-д}^2 + \Delta_{ми}^2} = \sqrt{1^2 + 0,16^2 + 1^2} = 1,4\% \quad (\text{Б.6})$$

Б.7.3 Расчет метрологических характеристик раствора В

Составляющими погрешностями раствора В (Δ_B) являются:

- погрешность основного раствора ацетофенона № 2 (Δ_2), равная 1,4 % (см. Б.6);
- погрешность пипет-дозатора ($\Delta_{п-д}$), равная 0,16 % (по паспорту);
- погрешность микрошприца вместимостью 100 мм³ ($\Delta_{ми}$), равная 1 % (по паспорту).

$$\Delta_B = \sqrt{\Delta_2^2 + \Delta_{п-д}^2 + \Delta_{мш}^2} = \sqrt{1,4^2 + 0,16^2 + 1^2} = 1,8\% \quad (\text{Б.7})$$

Б.7.4 Расчет метрологических характеристик раствора Г

Составляющими погрешностями раствора Г (Δ_G) являются:

- погрешность раствора В (Δ_B), равная 1,7% (см.Б.7);
- погрешность пипет-дозатора ($\Delta_{п-д}$), равная 0,16 % (по паспорту);
- погрешность микрошприца объемом 100 мм³ ($\Delta_{мш}$), равная 1 % (по паспорту).

$$\Delta_G = \sqrt{\Delta_B^2 + \Delta_{п-д}^2 + \Delta_{мш}^2} = \sqrt{1,8^2 + 0,16^2 + 1^2} = 2,0\% \quad (\text{Б.8})$$

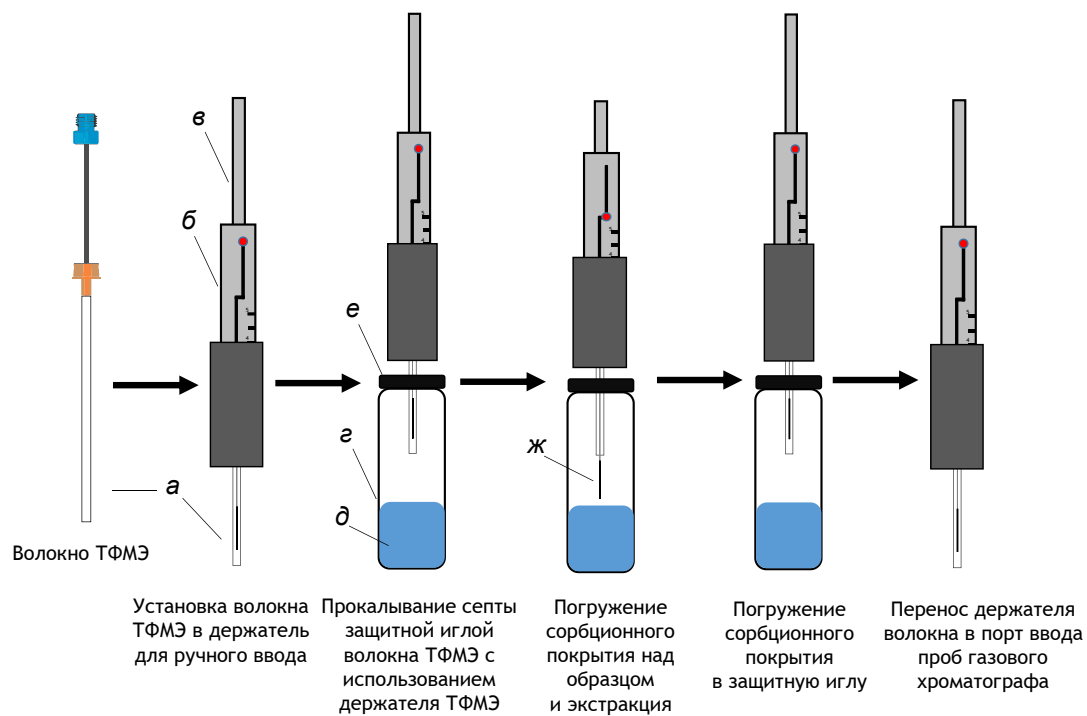
Б.8 Требования к упаковке и маркировке

АР помещают в виалы вместимостью 2 см³. На виалы наклеивают этикетку (наносит маркировку) с указанием: наименования АР₂; аттестованного значения; погрешности аттестованного значения; даты и времени приготовления; срока годности.

Б.9 Условия хранения

АР₂ хранят в холодильной камере при температуре (6 ± 2) °С не более 1 недели.

Приложение В (информационное)



а – защитная игла, б – держатель волокна ТФМЭ для ручного ввода, в – плунжер держателя, г – виала объемом 20 см³, д – образец воды, е - обжимная крышка с септой из полифторэтилена, ж - сорбционное покрытие

Рисунок В.1 – Схема твердофазной микроэкстракции



Рисунок В.2 – Фотография волокна ТФМЭ

Приложение Г
(информационное)

Градуировочные характеристики

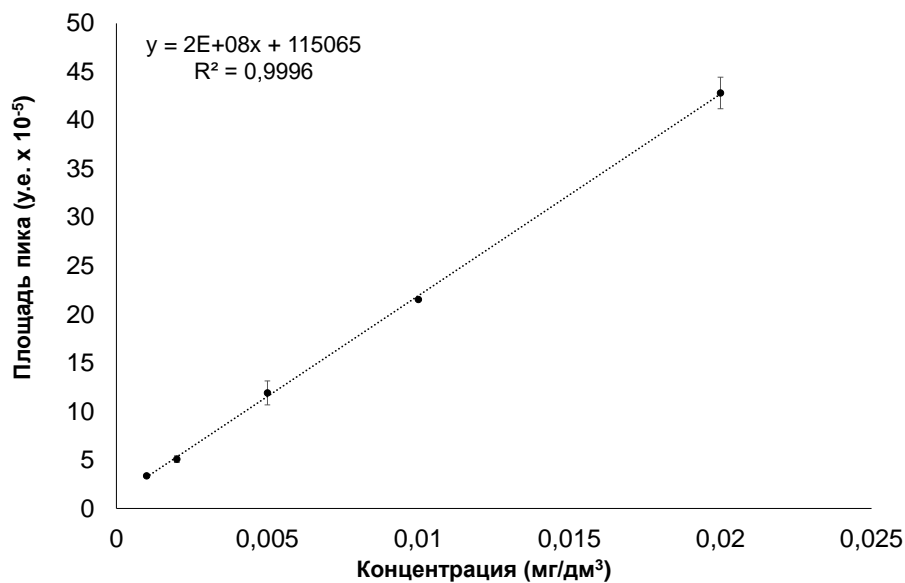


Рисунок Г.1 – Градуировочный график ацетофенона в водных средах (диапазон от 0,001 до 0,02 мг/дм³)

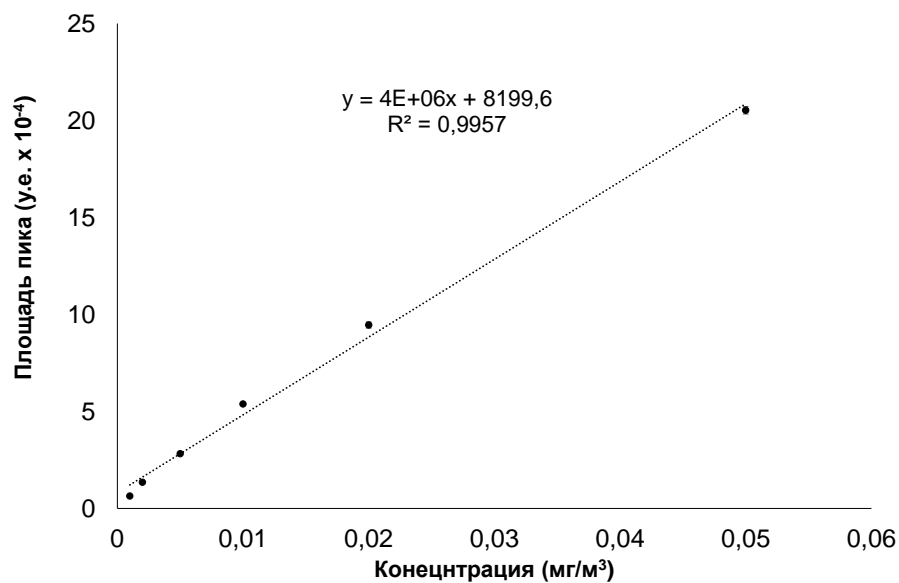


Рисунок Г.2 – Градуировочный график ацетофенона в воздушных средах (диапазон от 0,001 до 0,05 мг/м³)

Приложение Д
(информационное)

Таблица Д.1 – Условия моделирования при определении уровня миграции ацетофенона из игрушек и школьно-письменных принадлежностей в водную среду*

| Перечень игрушек | Модельная среда | Насыщенность водного раствора | Температура водного раствора, t °С | Время экспозиции, ч |
|--|-----------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|---------------------|
| 1. Игрушки для детей ясельного возраста. 2. Игрушки и/или детали игрушек, предназначенные для контакта с ртом ребенка. 3. Куклы, фигурки людей и животных, в т.ч. мягконабивные для детей младше 3 лет. 4. Игры настольные, в т.ч. настольно-печатные, головоломки, комбинированные книжные издания ит. п. для детей младше 3 лет | Вода дистиллированная | $1 \text{ см}^2 : 2 \text{ см}^3$ | 37 ± 2 | 3 |
| 5. Предметы детского творчества: - наборы для рукоделия; - формующиеся массы (пластилин, глина, масса для лепки, краски пальчиковые и т. п.); - карандаши, фломастеры, мелки и т. п. 6. Бижутерия для детей. 7. Карнавальные изделия (карнавальные маски, аксессуары и т. п.). 8. Игрушки для купания в ванне | | $1 \text{ см}^2 : 2 \text{ см}^3$ | | |
| 9. Игрушки для игр на воде | | | 22 ± 2 | |
| * При сложных конфигурациях игрушек и невозможности подсчитать их площадь, определение следует проводить при соотношении 1 г на 10 см^3 | | | | |

Таблица Д.2 – Условия моделирования при определении уровня миграции ацетофенона из изделий из резино-латексных композиций, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами, в водную среду

| Основные виды изделий | Наименование пищевых продуктов | Модельные среды | Условия приготовления вытяжек | | | | |
|---|--|---|--|---|-----------------------------|---------------------------|--|
| | | | Отношение общей поверхности резины (см ²) к объему модельной среды | Температура модельной среды при заливании, °С | Температура настаивания, °С | Экспозиция настаивания, ч | |
| 1. Детали и прокладки кофеваркам, электросамоварам, соковаркам, термосам | Пищевые продукты в процессе термической обработки: чай, кофе и т.д. | Вода дистиллированная | 1:10 | 100 | 20 | 24 | |
| 2. Детали, кольца, прокладки пастеризаторов, сепараторов, уплотнение дозирующих насосов | Жиры, жировые продукты | Вода дистиллированная Масло растительное | 1:10 | 100 | 20 | 24 | |
| 3. Детали разливочных аппаратов: - шланги, - прокладка | Вода, безалкогольные напитки | Вода дистиллированная | 1:10 | 20 | 20 | 1 20 | |
| 4. Детали оборудования пищевого машиностроения при соотношении общей поверхности резинового изделия (см ²) к объему среды (мл) в течение часа | Крахмальное молоко Дрожжевая суспензия Глютен кукурузный, пшеничный Другие среды и соответствующие им модельные среды согласно 1-15 настоящей таблицы | Вода дистиллированная | 1:10 1:100 | 20 20 | 20 20 | 1 1 | |
| Примечание – Приведенная информация в части моделирования условий для определения ацетофенона в среде водные соответствует МУК 4.1/4.3.2038-05 «Санитарно-эпидемиологическая оценка игрушек» и Инструкции 4.1.10-15-92-2005 «Санитарно-химические исследования резин и изделий из них, предназначенных для контакта с пищевыми продуктами». | | | | | | | |

Таблица Д.3 - Условия моделирования при определении уровня миграции ацетофенона из изделий из полистирола и сополимеров полистирола в водную среду

| Наименование изделия | Наименование пищевых продуктов | Модельные среды | Условия приготовления вытяжек | | | |
|---|--------------------------------|-----------------------|--|---|-----------------------------|---------------------------|
| | | | Отношение общей поверхности резины (см ²) к объему модельной среды | Температура модельной среды при заливании, °С | Температура настаивания, °С | Экспозиция настаивания, ч |
| Посуда и столовые приборы из пластмассы | Вода, безалкогольные напитки | Дистиллированная вода | 1:10 | 20 | 20 | 1 |

Приложение Е
(информационное)

Таблица Е.1 - Условия моделирования при определении уровня миграции ацетофенона из игрушек и школьно-письменных принадлежностей в воздушную среду

| Перечень игрушек | Модельная среда | Насыщенность воздуха в климатической камере | Температура воздуха в климатической камере, °С | Время экспозиции, ч | Воздухообмен в климатической камере, об.ч |
|---|-----------------|--|--|---------------------|---|
| 1. Игрушки, которые могут вместить, ребенка (игрушечная палатка, уличный театр, вигвам и т. п.) | Воздух | 1,0 м ² /м ³ | 22 ± 2 | 24 | 1,0 |
| 2. Игрушки, несущие на себе массу тела ребенка (самокаты, велосипеды, автомобили, подвесные качели, конь-качалка, детские горки и т. п.). | | 0,1-1,0 м ² /м ³ в зависимости от реальной насыщенности | | | |
| 3. Напольные игрушки массой более 5 кг. | | | | | |
| 4. Искусственные елки, елочные игрушки. | | | | | |
| 5. Предметы детского творчества (краски; наборы для конструирования и моделирования; картон, бумага для рисования, аппликаций и т. п.) | | | | | |
| 6. Наборы для проведения опытов по различным отраслям знаний, фокусов. | | 100 г/м ³ * | | | |
| 7. Куклы, фигурки людей и животных, в т.ч. мягконабивные для детей старше 3 лет. | | | | | |
| 8. Игры настольные, в т.ч. настольно-печатные, головоломки, комбинированные книжные издания ит. п. для детей старше 3 лет. | | | | | |
| 9. Летающие игрушки (воздушные змеи, шары, бумеранги и т. п.). | | | | | |
| 10. Летающие игрушки (воздушные змеи, шары, бумеранги и т. п.). | | | | | |
| 11. Игрушки со снарядами (ружья, пистолеты, арбалеты, самострелы и т. п.). | | | | | |
| 12. Копии холодного оружия (ножи, сабли и т. п.). | | | | | |
| 13. Оптические игрушки. | | | | | |
| 14. Спортивные игрушки. | | | | | |
| 15. Оборудование для открытых детских площадок | | 0,1 м ² /м ³ | | | |

*Для игрушек, изготовленных из вспененного материала и поролон.
Примечание – Приведенная информация в части моделирования условий для определения ацетофенона в среды водные и воздушные соответствует МУК 4.1/4.3.2038-05 «Санитарно-эпидемиологическая оценка игрушек».

БИБЛИОГРАФИЯ

- [1] ТР ТС 007/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков», утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 23 сентября 2011 года № 797.
- [2] ТР ТС 008/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности игрушек», утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 23 сентября 2011 года № 798.
- [3] СТ РК 2.10-2018 Смеси аттестованные. Порядок разработки, аттестации и применения.
- [4] СТ РК 2228-2012 Устройства пробоотборные. Технические условия.
- [5] СТ РК ГОСТ Р 50962-2008 Посуда и изделия хозяйственного назначения из пластмасс. Общие технические условия.
- [6] ГОСТ12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.
- [7] ГОСТ12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.
- [8] ГОСТ12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
- [9] ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
- [10] ГОСТ 12.1.019-2017 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
- [11] ГОСТ 12.1.030-81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление.
- [12] ГОСТ 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.
- [13] ГОСТ 12.4.009-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Термины и определения.
- [14] ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
- [15] ГОСТ 18321-73 Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции.
- [16] ГОСТ 34446-2018 Игрушки. Отбор образцов.
- [17] ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.
- [18] ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.
- [19] ГОСТ 18321-73 Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции.
- [20] РМГ 76-2014 Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.
- [21] МУК 4.1/4.3.2038-05 **Санитарно-эпидемиологическая оценка игрушек**
Методические указания.
- [22] Инструкции 4.1.10-15-92-2005 Санитарно-эпидемиологическая оценка игрушек. Санитарно-эпидемиологические требования к атмосферному воздуху в городских и сельских населенных пунктах, условиям работы с источниками физических факторов, оказывающих воздействие на человека», утвержденными Постановлением Правительства Республики Казахстан от 25 января 2012 г. № 168.
- [23] с/сельских населенных пунктов, условиям работы с источниками физических факторов, оказывающих воздействие на человека», утвержденными Постановлением Правительства Республики Казахстан от 25 января 2012 г. № 168.