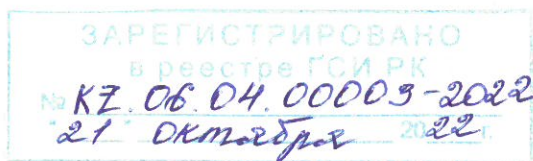


Республиканское государственное предприятие  
«Казахстанский институт стандартизации и метрологии» (РГП «КазСтандарт»)  
Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли  
и интеграции Республики Казахстан



*без ограничения  
срока действия*

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора  
РГП «КазСтандарт»

*Ж. Бегайдаров*

2022 г.



Методика выполнения измерений  
уровня миграции, выраженного в единицах массовой концентрации, в воздушную  
среду дифенилпропана, содержащегося в изделиях из поликарбоната

Введена впервые

г. Астана, 2022

## 1 Назначение и область применения МВИ

1.1 Настоящая методика выполнения измерений (МВИ) распространяется на изделия из поликарбоната и устанавливает метод высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) со спектрофотометрическим детектором для определения уровня миграции дифенилолпропана (ДФП) в воздушную среду в диапазоне измерений от 0,02 до 0,40 мг/м<sup>3</sup>.

Синонимы и торговые названия ДФП – дифенилолпропан; бисфенол; диан; 2,2-бис (4-гидроксифенил) пропан; 4,4'-дифенилолпропан.

1.2 МВИ предназначается для измерений показателей безопасности продукции на соответствие требованиям технических регламентов Евразийского экономического союза и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования требованиям, установленным к данному показателю в технических регламентах Евразийского экономического союза [1], [2].

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

## 2 Метрологические характеристики МВИ

МВИ обеспечивает измерение уровня миграции в воздушную среду дифенилолпропана, содержащегося в изделиях из поликарбоната, с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 1.

**Таблица 1 - Метрологические характеристики МВИ**

Показатели в процентах

Диапазон измерений массовой концентрации ДФП, мг/м <sup>3</sup>	Предел		Расширенная неопределенность измерений $U_{k=2, P=0,95}$
	повторяемости, $r_{n=2}$	воспроизвод имости, $R$	
От 0,02 до 0,40 включ.	18	20	15

## 3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

### 3.1 Средства измерений

Хроматограф жидкостный со спектрофотометрическим детектором типа Shimadzu LC-20, укомплектованный колонкой хроматографической обращенно-фазовой C18 длиной 150 мм или более и диаметром 4,6 мм или менее (например, колонка Promosil C18, 5 мкм, 100 Å, 4.6×150 мм), шприцем вместимостью 20 мм<sup>3</sup>, с программным обеспечением.

Аспиратор по ГОСТ 17.2.6.01 или устройство пробоотборное по СТ РК 2228.

Аттестованные растворы (АР) по приложению А.

Весы лабораторные специального класса точности (I), предел допускаемой погрешности не менее 0,5 мг.

Колба 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-1-1-1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 2-25-2 по ГОСТ 1770.

Термометр лабораторный, обеспечивающий измерение температуры в лабораторных условиях от 0 °С до 50 °С, с погрешностью измерения не более 1 °С.

Психрометр аспирационный, или гигрометр для измерений относительной влажности воздуха в лаборатории.

Секундомер не ниже третьего класса точности.

### 3.2 Испытательное оборудование

Ванна ультразвуковая, мощностью не менее 60 Вт, рабочей частотой 40 кГц.

Камера климатическая вместимостью не менее 100 дм<sup>3</sup>, обеспечивающая воздухообмен внутри рабочей камеры 1,0 об/ч, поддержание температуры (22 ± 2) °С.

### 3.3 Вспомогательные устройства, материалы

Бумага фильтровальная марки ФМ (медленной фильтрации) по ГОСТ 12026 или фильтры лабораторные с маркировкой «синяя лента».

Виалы хроматографические вместимостью 2 см<sup>3</sup> с винтовой крышкой и септой РТФЕ.

Виалы хроматографические вместимостью 5 см<sup>3</sup> с винтовой крышкой и септой РТФЕ.

Колба Кн 1-100(250)-14/23(24/29) ХТС по ГОСТ 25336 с пробкой пластиковой 14/23(24/29).

Колонка для ВЭЖХ обращённо-фазовая С18-5-150-4,6.

Микрошприц для ВЭЖХ вместимостью 20 мм<sup>3</sup>.

Фильтры стекловолоконные мембранные без связующего.

Фильтродержатель закрытого типа для фильтров стекловолоконных.

### 3.4 Реактивы

Ацетонитрил для хроматографии, ТУ 2634-002-54260861-2013.

ДФП, массовая доля основного вещества не менее 98 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или ГОСТ Р 58144.

Примечание - Допускается применение других типов средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, обеспечивающих получение результата измерений с точностью, нормируемой настоящей МВИ.

## 4 Метод измерений

Уровень миграции ДФП определяют после предварительного извлечения его из исследуемого изделия в воздушную среду (модельная среда), для этого используют климатическую камеру, где изделие выдерживают при определенных условиях. Пробу воздуха отбирают путем аспирации на стекловолоконный фильтр, затем извлекают ДФП этанолом (десорбция) и измеряют его содержание методом ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектором. Сущность метода заключается на разделении пробы на индивидуальные вещества, при прохождении через колонку с последующей регистрацией детектором по площадям пиков ДФП методом внешнего стандарта.

Площади пиков ДФП определяют экспериментально по хроматограммам градуировочных растворов. Расчет количества ДФП осуществляют исходя из площадей этих пиков и концентрации внешнего стандарта. Расчет проводят из предположения о количественном извлечении и постоянной степени извлечения ДФП из воздуха на фильтр, что было подтверждено экспериментально при предварительных исследованиях.

Для используемой колонки следует добиться устойчивого разделения пиков ДФП и ближайших гомологов (бисфенолов Б и Ф), чтобы числовое значение разрешения  $R_s$ , вычисляемое по формуле (1), было близко к 2:

$$R_s = \frac{2 \cdot (t_{R_2} - t_{R_1})}{(W_1 + W_2)}, \quad (1)$$

где -  $R_s$  – разрешение;  
 $t_{R1}$ ,  $t_{R2}$  - время удерживания компонента;  
 $W_1$ ,  $W_2$  – ширина пиков компонентов.

При оптимизации разрешения следует сохранять соотношение сигнал/шум не ниже, чем (10 : 1) и приемлемую скорость анализа.

## 5 Требования безопасности и охраны окружающей среды

При выполнении измерений соблюдают действующие общие санитарно-эпидемиологические требования ГОСТ 12.1.005, правила электробезопасности ГОСТ 12.1.019, меры противопожарной безопасности ГОСТ 12.1.004 и указания инструкций по эксплуатации применяемых приборов.

## 6 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, отвечающие квалификационным требованиям и получившие допуск к работе в порядке, установленном на предприятии.

## 7 Требования к условиям измерений

7.1 При выполнении измерений соблюдают следующие общие условия:

- температура окружающего воздуха  $(20 \pm 5)$  °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  $(220 \pm 10)$  В;
- частота переменного тока в сети  $(50 \pm 1)$  Гц;

питания.

7.2 Приготовление растворов проводят в вытяжном шкафу при температуре  $(20 \pm 5)$  °С.

7.3 Условия испытаний в климатической камере:

- температура воздуха -  $(22,0 \pm 2)$  °С;
- относительная влажность воздуха -  $(50 \pm 3)$  %;
- время кондиционирования 24 ч;
- скорость воздухообмена -  $(1,00 \pm 0,05)$  об/ч;

7.4 При выполнении измерений на хроматографе соблюдают следующие условия:

- температура колонки: от 25 °С до 60 °С, например, 50 °С;
- скорость потока элюента: 0,6 см<sup>3</sup>/мин;
- длины волн детектора: 230 нм;
- режим – изократический;
- состав подвижной фазы: смесь ацетонитрила и воды в соотношении (50 : 50).

## 8 Подготовка к выполнению измерений

### 8.1 Подготовка посуды

Использованную стеклянную посуду перед дальнейшим употреблением ополаскивают применявшимся растворителем и тщательно моют горячей водой с содой, ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

## 8.2 Приготовление растворов ДФП

### 8.2.1 Приготовление основного раствора ДФП

50,0 мг исходного вещества ДФП растворяют при периодическом встряхивании в (10 - 20) см<sup>3</sup> спирта этилового в мерной колбе вместимостью 50 см<sup>3</sup>, раствор доводят до метки спиртом этиловым, перемешивают.

### 8.2.2 Приготовление градуировочных растворов ДФП

Градуировочные растворы ДФП готовят путем разбавления спиртом этиловым основного раствора ДФП

В пять мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят аликвоту основного раствора ДФП в соответствии с таблицей 2 или по приложению А.

**Таблица 2 - Градуировочные растворы**

Номер градуировочного раствора	Аликвота основного раствора ДФП, см <sup>3</sup>	Объем приготавливаемого градуировочного раствора, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация ДФП в градуировочном растворе, мг/см <sup>3</sup>	Массовая концентрация ДФП в воздухе*, мг/м <sup>3</sup>
1	0,30	50	0,0006	0,02
2	0,75	50	0,0015	0,05
3	1,50	50	0,003	0,10
4	3,00	50	0,006	0,20
5	6,00	50	0,012	0,40

\* Пересчет массовой концентрации ДФП в растворе, мг/см<sup>3</sup>, на соответствующую массовую концентрацию ДФП в воздухе, мг/м<sup>3</sup>, выполнен на основании следующей информации: объем пробы воздуха, отобранного для измерений - 60 дм<sup>3</sup>; объем спирта этилового, использованного для десорбции ДФП с фильтра - 2 см<sup>3</sup>

8.2.2 Контрольные растворы с известной концентрацией ДФП: № 1 (АР-6), № 2 (АР-7) приведены в таблице 3, допускается, в качестве контрольных растворов, применять градуировочные растворы с содержанием ДФП близким к рабочим пробам.

**Таблица 3 - Контрольные растворы**

Номер контрольного раствора	Соответствующий АР	Массовая концентрация ДФП	
		мг/см <sup>3</sup>	мг/м <sup>3</sup>
№ 1	АР-6	0,0015	0,050
№ 2	АР-7	0,0036	0,120

## 8.3 Приготовление подвижной фазы (элюента)

В конической колбе смешивают ацетонитрил и дистиллированную воду в соотношении (1 : 1). Горло колбы укупоривают неплотно прилегающей полипропиленовой пробкой. Колбу

помещают в ультразвуковую ванну на 30 мин для дегазации. Если подвижная фаза готовится на несколько дней работы, дегазацию следует проводить в начале каждого рабочего дня.

Перед использованием новой порции элюента проводят градуировку хроматографа по 8.4.

## 8.4 Подготовка хроматографа

8.4.1 Включают и настраивают хроматограф в соответствии с инструкцией по эксплуатации и описанием, прилагаемыми к прибору. Устанавливают рабочие параметры, необходимые для проведения измерений. Рабочие параметры прибора (температура колонки, скорость подачи элюента) должны быть постоянными при измерении во всем диапазоне концентраций.

8.4.2 Градуировку прибора осуществляют непосредственно перед измерениями рабочих проб. Используют подвижную фазу из той же емкости, что будет использована далее для проведения аналитических измерений и контроля качества измерений.

Градуировка может быть проведена через определение функции отклика или же с помощью градуировочного графика.

При вычислении функции отклика:

а) Производят анализ по 20 мм<sup>3</sup> градуировочных растворов в порядке возрастания концентрации, определяют площади пиков на хроматограммах и времена удерживания ДФП.

б) Для каждого измерения рассчитывают фактор отклика по формуле (3):

$$RF_i = \frac{A_{Ci}}{C_i \cdot V} \quad (3)$$

где  $C_i$  - концентрация  $i$ -го градуировочного раствора, мг/см<sup>3</sup>;

$V$  - аликвота градуировочного раствора, введенного в хроматограф, мм<sup>3</sup> (20 мм<sup>3</sup>);

$A_{Ci}$  - площадь пика на хроматограмме.

в) В дальнейших расчетах используют среднее арифметическое значение, относящееся к полному диапазону измеряемых концентраций, рассчитанное по формуле (4):

$$RF_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^n RF_i}{n} \quad (4)$$

г) Также рассчитывают среднеарифметическое значение времени удерживания.

д) Рассчитывают среднеквадратическое стандартное отклонение  $CKO$  по формуле (5) и соответствующее относительное значение фактора отклика по формуле (6):

$$CKO = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RF_i - RF_{cp})^2}{n - 1}} \quad (5)$$

$$CKO = \frac{CKO}{RF_{cp}} \cdot 100 \quad (6)$$

При построении градуировочного графика:

Производят анализ по 20 мм<sup>3</sup> градуировочных растворов в порядке возрастания концентрации, определяют площади пиков на хроматограммах и времена удерживания ДФП с помощью штатного программного обеспечения прибора.

## 9 Отбор и подготовка образцов

### 9.1 Отбор образцов изделий

9.1.1 Общие правила в части отбора образцов изделий из поликарбоната для определения уровня миграции ДФП в воздушную среду должны соответствовать ГОСТ 18321.

9.1.2 Образцы изделий предоставляются в лабораторию в натуральную величину, если они не громоздки, или их модели объёмом не более 1 дм<sup>3</sup> или пластинки размером, примерно, 4×5 см (далее – образец для измерений, образец). Количество образцов от одного вида изделия должно быть не менее трех, может быть увеличено по согласованию с заинтересованными лицам, и в зависимости от характера и объема исследований. Размеры образца в зависимости от размера климатической камеры рассчитывают по формуле (7):

$$S = V \cdot H, \quad (7)$$

где  $S$  – размер образца, м<sup>2</sup>, г;

$V$  – вместимость климатической камеры, м<sup>3</sup>;

$H$  – насыщенность воздуха в климатической камере, г/м<sup>3</sup>, м<sup>2</sup>/м<sup>3</sup>.

Насыщенность воздуха в климатической камере не должна быть менее 0,1 кг/м<sup>3</sup>, м<sup>2</sup>/м<sup>3</sup>.

## 9.2 Подготовка образца для измерений

9.2.1 Метод и режим подготовки образцов для измерений выбирают в соответствии с нормативной документацией на соответствующее изделие или по ГОСТ 22648.

Образец перед измерением выдерживают при комнатной температуре и естественном воздухообмене в течение не менее 3 ч, затем промывают водопроводной водой с температурой 37 °С в течение 3 мин без применения моющих средств и механической обработки, прополаскивают дистиллированной водой и просушивают при комнатной температуре.

9.2.2 Подготовленный образец, помещают в климатическую камеру, туда же подается предварительно подготовленный воздух, не содержащий ДФП при следующих условиях:

- температура воздуха в климатической камере:  $(22 \pm 2)$  °С;
- время экспозиции: 24 ч.

Условия моделирования при определении миграции ДФП в воздушную среду в зависимости от видов изделий приведены в приложении Б.

## 9.3 Отбор и подготовка пробы воздуха

9.3.1 Отбор пробы воздуха осуществляется через выходной штуцер аспиратором, воздух пропускают через стекловолоконный фильтр, объем прокачанного через фильтр воздуха должен составлять 60 дм<sup>3</sup>.

При испытаниях каждого изделия подготавливают не менее двух параллельных проб и холостую пробу (среда без образца).

9.3.2 Параллельно с рабочими пробами подготавливают и измеряют контрольный образец, для его подготовки на фильтр, закрепленный в держателе, осторожно наносят 20 мм<sup>3</sup> контрольного раствора с известной концентрацией ДФП (таблица 3), выдерживают до полного испарения спирта этилового и проводят обработку по 9.3.3 и измерение аналогично рабочей пробе в соответствии с разделом 10.

9.3.3 Порядок экстракции ДПФ с фильтра:

- фильтр вынимают из фильтродержателя пинцетом, помещают в емкость с  $(2 - 4)$  см<sup>3</sup> спирта этилового таким образом, чтобы спирт полностью закрывал фильтр;
- емкость закрывают, помещают в заполненную водой ультразвуковую ванну и подвергают ультразвуковому воздействию при комнатной температуре в течение 1 мин, фильтр аккуратно извлекают, отжимая пинцетом;
- емкость с экстрактом пробы плотно закрывают крышкой и сразу выполняют измерение в соответствии с разделом 10.

## 10 Выполнение измерений

10.1 Измерения проводят в тех же условиях и в той же подвижной фазе, в которых проведена градуировка прибора. Для этого 20 мм<sup>3</sup> экстракта пробы вводят в хроматограф, регистрируют время удерживания и площадь пиков на хроматограмме.

В случае, если на хроматограмме присутствуют несколько пиков, за пик ДФП принимают сигнал с временем удерживания, наиболее близким к среднему времени удерживания в градуировочных растворах. Записывают площадь пика ДФП в пробе.

10.2 Рассчитывают результат единичного измерения массовой концентрации ДФП в анализируемой пробе воздуха  $C$ , мг/м<sup>3</sup>, по формуле (8):

$$C = \frac{1000 \cdot A_s \cdot V_f}{(RF_{C3} \cdot V_s \cdot V_i)} \quad (8)$$

где  $V_f$  - общий объем экстракта, см<sup>3</sup>;

$A_s$  - фактор отклика

$V_s$  - объем пробы воздуха, дм<sup>3</sup>;

$V_i$  - аликвота экстракта, введенного в хроматограф, мм<sup>3</sup>.

Допускается проводить расчет концентрации ДФП с применением программного обеспечения хроматографа.

За окончательный результат измерений уровня миграции ДФП в воздушную среду принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений.

## 11 Оформление и представление результата измерений

Результат измерения уровня миграции дифенилолпропана в воздушную среду  $\bar{C}$ , мг/м<sup>3</sup>, представляют в следующей форме:

$$\bar{C} \pm U(C) \cdot 0,01 \cdot \bar{C} \quad (9)$$

где  $U(C)$  - расширенная неопределенность результата измерения по таблице 1.

## 12 Контроль точности результата измерений

### 12.1 Проверка чувствительности хроматографа

При подозрительных результатах измерений или резком уменьшении регистрируемых сигналов проверяют чувствительность прибора по градуировочному раствору с наименьшей массовой концентрацией ДФП. Отношение сигнал/шум для определяемого соединения должно быть не менее (10 : 1). Чувствительность прибора восстанавливают в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по его эксплуатации.

### 12.2 Контроль помех по результатам холостого опыта

Холостой опыт проводят через каждые 10 - 20 измерений проб, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений и помех, источниками которых могут быть измерительная система, реактивы и материалы.

Проба в холостом опыте представляет собой фильтр, который помещен в держатель для фильтра и выдержано время, равное используемому времени сбора пробы, но без подключения к климатической камере. Проба должна быть проведена через все соответствующие стадии пробоподготовки и анализа.

В случае обнаружения загрязнений, проявляющихся в появлении сигнала при подходящем времени удерживания с отношением сигнал/шум, превышающим (3 : 1),



определяют источник помех, контролируя используемые реактивы и проверяя условия подготовки проб и проведения измерений.

### 12.3 Контроль градуировочной характеристики

Периодически, через каждые 20 измерений, проверяют стабильность градуировочной характеристики во избежание дрейфа показателей спектрометрического детектора.

Для этого проводят анализ градуировочного раствора № 3. Вычисляют для него значение фактора отклика по формуле (3) и рассчитывают  $D$ , %, по формуле (10), как разность между измеренным значением  $RF_V$  и значением  $RF_{cp}$ , рассчитанным по формуле (4).

$$D = \frac{RF_{cp} - RF_V}{RF_{cp}} \cdot 100 \quad (10)$$

Значение  $D$  не должно превышать 5 %, при выполнении данного условия измерения продолжают, если условие не выполняется, то градуировочную характеристику устанавливают заново.

### 12.4 Контроль точности результата измерений методом добавок

Контроль проводят для установления возможности выполнения в данной лаборатории измерений с приемлемой точностью и достоверностью. Периодичность контроля - через каждые 10 - 20 измерений рабочих проб, но не реже одного раза в месяц.

Для выполнения контрольной процедуры, на четыре фильтра, закрепленные в фильтродержатели, шприцем осторожно наносят по 20 мм<sup>3</sup> контрольного раствора (8.2.2), ожидают испарения этанола и проводят экстракцию ДФП (9.3.3) отдельно с каждого фильтра, в экстрактах выполняют измерение ДФП (раздел 10).

Для каждой пробы вычисляют степень извлечения ДФП  $R$ , %, по формуле (11):

$$R = \frac{m_s}{m_n} \cdot 100 \quad (11)$$

где  $m_n$  - теоретически вычисленное содержание ДФП в пробе, мкг;

$m_s$  - измеренное содержание ДФП в пробе, мкг.

Вычисляют среднее значение степени извлечения и относительное стандартное отклонение степени извлечения по формуле (5). Значение должно находиться в интервале от 70 % до 110 %, относительное стандартное отклонение степени извлечения не должно превышать 30 % при доверительной вероятности 0,95. Если данные условия не выполняются, необходимо проинспектировать рабочий процесс, устранить выявленные ошибки и повторить контроль методом добавок.

**Приложение А**  
(рекомендуемое)

**Методика приготовления аттестованных растворов дифенилолпропана**

**А.1 Назначение АР**

Настоящая методика устанавливает порядок приготовления аттестованных растворов (АР) дифенилолпропана (ДФП), приготавливаемых из чистого вещества известного состава путем его растворения и последовательного разбавления:

АР-1 – АР-5 – градуировочные растворы;

АР-6, АР-7 – контрольные растворы с известной концентрацией ДФП.

АР предназначается для метрологического обеспечения измерений уровня миграции ДФП в воздушную среду.

**А.2 Метрологические характеристики АР**

Метрологические характеристики АР:

- аттестуемая характеристика,  $a$  – массовая концентрация ДФП в растворе,  $\text{мг}/\text{см}^3$ , и массовая концентрация ДФП в воздухе,  $\text{мг}/\text{м}^3$ ;
- абсолютная погрешность аттестованного значения для  $P = 0,9 - \Delta$   $\text{мг}/\text{см}^3$ ,  $\text{мг}/\text{м}^3$ ;
- относительная погрешность аттестованного значения для  $P = 0,9 - \delta$ , %, представлены в таблице А.1.

**Таблица А.1 - Метрологические характеристики АР**

Обозначение АР	Наименование АР	Аттестованное значение АР		Погрешность аттестованного значения для $P = 0,95$ , не более		
		$a$		$\Delta$		$\delta$ , %
		$\text{мг}/\text{см}^3$	$\text{мг}/\text{м}^3$	$\text{мг}/\text{см}^3$	$\text{мг}/\text{м}^3$	
АР-1	Градуировочный раствор № 1	0,00060	0,0200	0,00002	0,0008	3,5
АР-2	Градуировочный раствор № 2	0,0030	0,100	0,0001	0,003	3,1
АР-3	Градуировочный раствор № 3	0,0060	0,200	0,0001	0,004	2,4
АР-4	Градуировочный раствор № 4	0,0090	0,300	0,0003	0,009	3,1
АР-5	Градуировочный раствор № 5	0,0120	0,400	0,0002	0,007	2,0
АР-6	Контрольный раствор № 1	0,00150	0,050	0,00005	0,002	3,4
АР-7	Контрольный раствор № 2	0,0036	0,120	0,0001	0,003	3,0

**А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы** в соответствии с разделом 3 настоящей МВИ и таблицей А.2.

**Таблица А.2 - Средства измерений, исходные вещества**

<b>Наименование, обозначение</b>	<b>Метрологические/технические характеристики</b>	<b>Нормативные требования</b>
Весы лабораторные	класс точности – специальный; погрешность взвешивания – не более 0,0005 г	ГОСТ 24104,
Колба 2-50-2	номинальная вместимость 50 см <sup>3</sup> ; допускаемая погрешность ± 0,12 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770
Пипетка 1-1-2-1	номинальная вместимость 1 см <sup>3</sup> ; допускаемая погрешность ± 0,01 см <sup>3</sup>	ГОСТ 292279
Пипетка 1-1-2-2	номинальная вместимость 2 см <sup>3</sup> ; допускаемая погрешность ± 0,02 см <sup>3</sup>	
Пипетка 1-1-2-5	номинальная вместимость 5 см <sup>3</sup> ; допускаемая погрешность ± 0,05 см <sup>3</sup>	
Пипетка 1-1-2-10	номинальная вместимость 10 см <sup>3</sup> ; допускаемая погрешность ± 0,1 см <sup>3</sup>	
Дифенилолпропан ДФП (бисфенол, 2,2-бис(4-гидроксифенил) пропан, диан)	Массовая доля основного вещества не менее 99,95 %	Сертификат качества (от производителя)

**А.4 Безопасность и охрана окружающей среды** в соответствии с разделом 5 настоящей МВИ.

**А.5 Персонал** в соответствии с разделом 6 настоящей МВИ.

**А.6 Процедура приготовления АР**

а) АР-5 готовят растворением точной навески исходного вещества:

- 50,00 мг ДФП растворяют при периодическом встряхивании в (10 - 20) см<sup>3</sup> спирта этилового в мерной колбе вместимостью 50 см<sup>3</sup>, раствор доводят до метки спиртом этиловым, перемешивают (основной раствор);
- 0,6 см<sup>3</sup> вносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят до метки спиртом этиловым, перемешивают.

б) АР-1 - АР-4 и АР-6, АР-7 готовятся смешиванием исходного АР со спиртом этиловым (растворитель), согласно таблице А.3.

**Таблица А.3 – Приготовление АР**

<b>Приготавливаемый АР</b>		<b>Исходный АР</b>		<b>Аликвота спирта этилового, см<sup>3</sup></b>
<b>обозначение</b>	<b>a, мг/см<sup>3</sup></b>	<b>обозначение</b>	<b>аликвота для приготовления АР, см<sup>3</sup></b>	
АР-1	0,00060	АР-2	2,0	8,0
АР-2	0,0030	АР-5	2,5	7,5
АР-3	0,0060	АР-5	5,0	5,0
АР-4	0,0090	АР-5	7,5	2,5

Продолжение таблицы А.3

Приготавливаемый АР		Исходный АР		Аликвота спирта этилового, см <sup>3</sup>
обозначение	<i>a</i> , мг/см <sup>3</sup>	обозначение	аликвота для приготовления АР, см <sup>3</sup>	
АР-6	0,00150	АР-2	5,0	5,0
АР-7	0,0036	АР-5	3,0	7,0

## А.7 Расчет метрологических характеристик АР

### А.7.1 Расчет метрологических характеристик АР-5

а) Аттестованное значение АР-5 -  $a_{АР-5}$ , мг/см<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>), рассчитывают по формуле (А.1):

$$a_{АР-5} = \frac{m \times 0,6}{50 \times 50} \quad (\text{А.1})$$

где  $m$  – масса навески ДФП (5,00 мг);

0,6 – аликвота основного раствора для приготовления АР-5, см<sup>3</sup>;

50 – номинальная вместимость мерной колбы для приготовления растворов, см<sup>3</sup>.

б) Абсолютную погрешность аттестованного значения АР-5 -  $\Delta a_{АР-5}$ , мг/см<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>), рассчитывают по формуле (А.2):

$$\Delta a_{АР-5} = a_{АР-5} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \omega}{\omega}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_k}{V_k}\right)^2} \quad (\text{А.2})$$

где  $\omega$  – массовая доли основного вещества в исходном веществе, %;

$\Delta \omega$  – погрешность установления массовой доли основного вещества в исходном веществе, %;

$m$  – масса навески исходного вещества, мг;

$\Delta m$  – погрешность взвешивания навески исходного вещества (погрешность весов), мг;

$\Delta V_k$  – допускаемая погрешность мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_k$  – номинальная вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>.

### А.7.2 Расчет метрологических характеристик АР-1 - АР-4 и АР-6, АР-7

Абсолютные погрешности аттестованных значений АР-1 - АР-4 и АР-6, АР-7, приготовленных путем смешивания исходного раствора АР с растворителем -  $\Delta a$ , мг/см<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>), рассчитывают по формуле (А.3):

$$\Delta a_i = a_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_{АРПух}}{C_{АРПух}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{n1}}{V_{n1}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{Vn2}}{V_{n2}}\right)^2} \quad (\text{А.3})$$

где  $a_i$  – аттестованное значение приготавливаемой АР, мг/см<sup>3</sup>;

$\Delta_{АРПух}$  – погрешность аттестованного значения в исходной АР, мг/см<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>);

$C_{АРПух}$  – аттестованное значение исходной АР, мг/см<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>);

$\Delta_{n1}$  – допускаемая погрешность пипетки для отбора аликвоты исходной АР, см<sup>3</sup>;

$V_{n1}$  – аликвота исходной АР, см<sup>3</sup>;

$\Delta_{n2}$  – допускаемая погрешность пипетки для отбора аликвоты растворителя, см<sup>3</sup>;

$V_{n2}$  – аликвота растворителя, см<sup>3</sup>.

А.7.3 Для пересчета абсолютной погрешности аттестованного значения АР –  $\Delta_a$ , мг/см<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>), в относительную погрешность –  $\delta_a$ , %, применяют формулу (А.4):

$$\delta_a = \frac{\Delta_a}{a} \cdot 100 \quad (\text{А.4})$$

#### **А.8 Требования к маркировке и условиям хранения АР**

Маркировка АР включает следующие сведения: наименование и обозначение АР, аттестованное значение и его погрешность, дату приготовления и срок годности (при необходимости). Сроки хранения АР - не более 30 дней при температуре 4 °С без доступа света.

**Приложение Б**  
(информационное)  
**Условия моделирования при определении миграции дифенилолпропана в  
воздушную среду**

**Таблица Б.1**

Перечень продукции	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, укольный театр, вигвам и т. п.)	Воздух	1,0 м <sup>2</sup> /м <sup>3</sup>	22±2	24	1,0
<p>2. Игрушки, несущие на себе массу тела ребенка (самокаты, велосипеды, автомобили, подвесные качели, конь-качалка, детские горки и т. п.).</p> <p>3. Напольные игрушки массой более 5 кг.</p> <p>4. Искусственные елки, елочные игрушки.</p> <p>Предметы детского творчества (краски; наборы для конструирования и моделирования; картон, бумага для рисования, аппликаций и т. п.)</p> <p>6. Наборы для проведения опытов по различным отраслям знаний, фокусов.</p> <p>7. Куклы, фигурки людей и животных, в т.ч. мягконабивные для детей старше 3 лет.</p> <p>8. Игры настольные, в т.ч. настольно-печатные, головоломки, комбинированные книжные издания ит. п. для детей старше 3 лет.</p> <p>9. Летающие игрушки (воздушные змеи, шары, бумеранги и т. п.).</p> <p>10. Летающие игрушки (воздушные змеи, шары, бумеранги и т. п.).</p>		0,1-1,0 м <sup>2</sup> /м <sup>3</sup> в зависимости от реальной насыщенности 100 г/м <sup>3</sup>			

Продолжение таблицы Б.1

Перечень продукции	Модельная среда	Насыщенность воздуха в климатической камере	Температура воздуха в климатической камере, °С	Время экспозиции, ч	Воздухообмен в климатической камере, об.ч
11. Игрушки со снарядами (ружья, пистолеты, арбалеты, самострелы и т. п.).	Воздух	0,1 м <sup>2</sup> /м <sup>3</sup>	22±2		2,0
12. Копии холодного оружия (ножи, сабли и т. п.). 13. Оптические игрушки. 14. Спортивные игрушки.					
15. Одежда специальная защитная от механических воздействий, в том числе от нетоксичной пыли и общих производственных загрязнений 16. Средства индивидуальной защиты глаз (очки защитные) 17. Средства индивидуальной защиты органов дыхания изолирующие 18. Средства индивидуальной защиты органов дыхания (в том числе фильтрующие) от радиоактивных веществ 19. Средства индивидуальной защиты ног (обувь) от повышенных и (или) пониженных температур, контакта с нагретой поверхностью, тепловых излучений, искр и брызг расплавленного металла		100 г/м <sup>3</sup>		24	1,0
20. Костюмы мужские и женские для защиты от общих производственных загрязнений и механических воздействий (в том числе отдельными предметами: куртка, брюки, полукOMBинезон)		0,1 м <sup>2</sup> /м <sup>3</sup>			2,0

## Библиография

- [1] ТР ТС 008/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности игрушек», утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 23 сентября 2011 года № 798.
- [2] ТР ТС 019/2011 «О безопасности средств индивидуальной защиты» утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 9 декабря 2011 года № 878.

СТ РК 2228 -2012	Устройства пробоотборные. Технические условия.
ГОСТ 12.1.004-91	Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.1.005-88	Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
ГОСТ 12.1.019-2017	Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.
ГОСТ 17.2.6.01-86	Охрана природы. Атмосфера. Приборы для отбора проб воздуха населенных пунктов. Общие технические требования.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
ГОСТ 5962-2013	Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ 12026-78	Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.
ГОСТ 18321-73	Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции.
ГОСТ 22648-77	Пластмассы. Методы определения гигиенических показателей.
ГОСТ 29169-91	Посуда лабораторная стеклянная пипетки с одной отметкой.
ГОСТ 29227-91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.
ГОСТ Р 58144-2018	Вода дистиллированная. Технические условия.
ТУ 2634-002-54260861-2013	Ацетонитрил для хроматографии (ос.ч.) Технические условия.