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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ ЕН
12868 —
2013

**ПРЕДМЕТЫ УХОДА ЗА ДЕТЬМИ.
СОСКИ ДЕТСКИЕ**

**Методы определения нитрозаминов и
нитрозобразующих веществ**

(ЕН 12868:1999, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью Научно-испытательный центр «Резина и полимерные изделия» (ООО НИЦ «Резина и полимерные изделия»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в п.4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44)

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 | Минторгэкономразвития Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |

4 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 12868:1999 Child and care articles – Methods for determining the release of N-Nitrosamines and N-Nitrosatable substances from elastomer or rubber teats and soothers (Предметы ухода за детьми. Метод определения высвобождения N-нитрозаминов и N-нитрозобразующих веществ из эластомерных или резиновых сосок и пустышек)

EN 12868:1999 разработан Техническим комитетом CEN/TC 252 «Предметы ухода за детьми», секретариат которого ведет AFNOR.

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского регионального стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в национальном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 1853-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 12868–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

Введение

Установлено, что эластомерные и резиновые детские соски могут выделять N-нитрозамины и N- нитрозобразующие вещества.

По заключению Научного комитета по продовольствию N-нитрозамины и N- нитрозобразующие вещества из-за токсичности могут представлять опасность для здоровья человека.

В 1993 г. Европейская Комиссия опубликовала Директиву [1], контролирующую миграцию этих веществ из эластомерных и резиновых детских сосок, в которой приведен метод определения миграции N-нитрозаминов.

В настоящем стандарте установлены аналитические методы определения N-нитрозаминов и N- нитрозобразующих веществ согласно Директиве [1].

Методы были разработаны по результатам исследований 12 лабораторий. Оценивали миграцию из сосок N- нитрозодиметиламина, N-нитрозодиэтиламина, N-нитрозодибутиламина, N-нитрозодибензиламина. Результаты были использованы при определении аналитической поправки (см. раздел 9 настоящего стандарта).

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРЕДМЕТЫ УХОДА ЗА ДЕТЬМИ.

СОСКИ ДЕТСКИЕ

Методы определения нитрозаминов и нитрозобразующих веществ

Child and care articles. Child teats and soothers. Test methods for determining
N-Nitrosamines and N-Nitrosatable substances

Дата введения — 2015 — 01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения (выделения и идентификации) N-нитрозаминов и N-нитрозобразующих веществ, мигрирующих из эластомерных или резиновых детских сосок с использованием раствора искусственной слюны.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

EN 45001 General criteria for the operation of testing laboratories (Основные критерии деятельности испытательных лабораторий)*

EN ISO 3696 Water for analytical laboratory use – Specification and test methods (Вода для лабораторных аналитических испытаний. Требования и методы испытаний)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте использованы следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **соска (soother):** Изделие, предназначенное для удовлетворения сосательной деятельности ребенка, а также для его успокоения.

3.2 **баллончик (teat):** Эластичная эластомерная или резиновая часть соски; это может быть баллончик для кормления ребенка.

3.3 **соска для кормления (feeding teat):** Изделие, заменяющее сосок груди матери, прикрепленное к бутылочке и предназначенное для кормления ребенка.

3.4 **резина (rubber):** Материал с высокой степенью растяжения со способностью почти полностью восстановливаться после растяжения за короткий период времени, высокоэластичный материал.

3.5 **эластомер (elastomer):** Материал с высокоэластичными свойствами, как и резина, в определенном температурном интервале, но с другой химической структурой.

* Заменен на ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Общие требования к компетентности испытательных и поверочных лабораторий).

3.6 N-нитрозамин (N-Nitrosamine): Вещество, характеризующееся $-N-N=O$ функциональной группой, обычно получаемое реакцией взаимодействия амина (в основном вторичные амины) с нитритом в кислой среде.

3.7 N-нитрозобразующее вещество (N-Nitrosatable substance): Вещество, которое мигрируя в испытуемый раствор, проходит нитризирование для образования N-нитрозамина при определенных условиях.

4 Сущность метода

N-нитрозамины и N-нитрозобразующие вещества экстрагируют в раствор искусственной слюны, содержащий соли азотистой кислоты. После концентрирования, а в случае N-нитрозобразующих веществ – их преобразования, испытуемые образцы исследуют на наличие N-нитрозаминов методом газовой хроматографии, используя химилюминесцентный детектор или другой соответствующий аналитический метод. Испытания проводят при отсутствии летучих N-нитрозаминов и N-нитрозобразующих веществ.

Содержание выделенных N-нитрозаминов выражают в микрограммах на килограмм образца.

Предупреждение – Нитрозамины токсичны, поэтому они могут нанести вред здоровью человека. Испытательные лаборатории должны соблюдать требования стандартов безопасности и здравоохранения.

5 Реактивы

5.1 Если нет других указаний, используют реактивы квалификации ч. д. а. и воду 3 класса по EN ISO 3696.

5.2 Гидрокарбонат натрия.

5.3 Хлорид натрия.

5.4 Карбонат калия.

5.5 Нитрат натрия

П р и м е ч а н и е – Срок хранения указанного реагента не более двух лет.

5.6 Раствор соляной кислоты (HCl) = 1 моль/дм³

5.7 Раствор гидроокиси натрия ($NaOH$) = 0,1 моль/дм³.

5.8 Соляной раствор искусственной слюны.

Растворяют в воде 4,2 г гидрокарбоната натрия (5.2), 0,5 г хлорида натрия (5.3) и 30 мг нитрата натрия (5.5) и доводят водой до объема 900 см³. При необходимости доводят раствор до pH 9,0, добавляя по капле раствор соляной кислоты (5.6) или раствор гидроксида натрия (5.7). Переносят раствор в колбу вместимостью 1 дм³ и разбавляют до отметки водой.

П р и м е ч а н и е – Раствор хранят в плотно закрытой бутылке не более двух недель.

5.9 Дихлорметан в стеклянной таре, не содержащий нитрозаминов и нитрозобразующих веществ (7.5).

5.10 Диатомит после жидкостной экстракции с удельной поверхностью 1 м²/г, размером пор 3000 – 8500 нм, размером частиц 150 – 650 мкм; нагревают в течение

1 ч до температуры 200 °C, охлаждают и промывают дихлорметаном (5.9).

П р и м е ч а н и е – Можно использовать другой фильтр, соответствующий диатомиту.

5.11 n-Гексан.

5.12 Раствор соляной кислоты (HCl) = 1 моль/дм³.

5.13. Раствор гидроокиси натрия ($NaOH$) = 1 моль/дм³.

5.14 Очищенный азот.

5.15 Гранулы, предотвращающие бурление.

5.16 Матированное стекло для колонок (6.3 и 6.4).

5.17 Ацетон или другой подходящий растворитель.

5.18 Стандартные растворы N-нитрозаминов

Стандартные растворы N-нитрозаминов готовят в n-гексане (5.11) с известным количеством N-нитрозаминов для определения в интервале от 100 до 300 нг/см³. Для получения этих концентраций могут быть использованы сертифицированные растворы.

Для детских эластомерных или резиновых сосок важными являются следующие N-нитрозамины (список неполный):

- N-нитрозодиметиламин (NDMA),
- N-нитрозодиэтиламин (NDEA),
- N-нитрозодипропиламин (NDPA),
- N-нитрозодибутиламин (NDBA),
- N-нитрозопиперидин (NPIP),
- N-нитрозопиролидин (NPYR),
- N-нитрозоморфоролин (NMOR),
- N-нитрозодibenзиламин (NDBzA),
- N-нитрозодизонониламин (NDiNA) или N-нитрозо 3,5,5- trimetilgексиламин,
- N-нитрозо N-метил N-фениламин (NMPhA),
- N-нитрозо N-этил N-фениламин (NEPhA).

В соответствии с методикой настоящего стандарта возможно определение других обнаруженных N-нитрозаминов.

5.19 Внутренний стандартный – раствор 200 нг/см² N-нитрозодизопропиламина в ацетоне или другом подходящем растворителе (5.12), не содержащий других N-нитрозаминов.

П р и м е ч а н и е – N-нитрозамины разрушаются под воздействием ультрафиолетового света. Следует избегать воздействия на вытяжки и стандартные растворы солнечного и ультрафиолетового света. Вытяжки и стандартные растворы хранят в темном месте при температуре ниже 5 °C защищенными алюминиевой фольгой.

5.20 Безводный раствор сульфата натрия, гранулированный или пригодный для разделения фаз в фильтре аппарата Уатмана.

5.21 Раствор амиака в воде (NH₃)=0,1 моль/дм³.

5.22 Морской песок, смоченный кислотой и прокаленный.

6 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование.

6.1 Перед использованием стеклянную посуду промывают кислым моющим веществом, обрабатывают раствором амиака (5.21), промывают водой и сушат.

6.2 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (40 ± 2) °C.

6.3 Стеклянная колонка длиной приблизительно 300 мм, внутренним диаметром приблизительно 26 мм с отводом и заглушкой из политетрафторэтилена.

6.4 Стеклянная колонка длиной приблизительно 300 мм, внутренним диаметром приблизительно 15 мм с отводом и заглушкой из политетрафторэтилена.

6.5 Установка Кудерна-Даниша с испарительной колбой и конденсатором, снабженная градуированным стеклянным сосудом и воздушным холодильником.

П р и м е ч а н и е – Допускается использовать другую установку при условии, что она соответствует установке Кудерна-Даниша.

6.6 Водяная баня, обеспечивающая поддержание температуры 40 °C – 60 °C.

6.7 Ампулы с фланцем, которые можно закрыть кольцом, с мемброй, покрытой политетрафторэтиленом (мембрана не должна содержать N-нитрозамины).

6.8 Плоскогубцы для закрытия ампул (6.7).

6.9 Стекловолокно, промытое дихлорметаном (5.9).

6.10 Разделительная воронка вместимостью 200 см³.

6.11 Разделительная воронка вместимостью 100 см³.

6.12 Хемилюминисцентный детектор достаточной чувствительности (термоэнергетический анализатор).

П р и м е ч а н и е – Можно использовать другой детектор, подобный термоэнергетическому анализатору.

6.13 Газовый хроматограф

Систему газовой хроматографии выбирает аналитик. При этом в лаборатории должны быть созданы условия для достижения следующего:

- система(ы) должна разделять N-нитрозамины, указанные в настоящем стандарте (5.18) так, чтобы площади пиков были сопоставимы с пиками внутреннего раствора (5.19);

- система должна разделить из N-нитрозаминов N-нитрозодиметиламин и N-нитрозодиэтиламин.

П р и м е ч а н и е – Рекомендации касаются хроматографических систем, обеспечивающих требуемое разделение. В разных лабораториях могут быть разные условия, однако каждая лаборатория должна гарантировать, что выбранная система обеспечивает одинаковое разделение. Для разделения N-нитрозаминов и получения соответствующей чувствительности для N-нитрозодибензиламина используют две колонки.

Летучие N-нитрозамины определяют при следующих условиях.

Пример 1 – Насадочные колонки

Температура инжектора – 200 °C.

Температура термостата – 200 °C.

Стеклянные колонки длиной 2,5 – 3,0 м, наружным диаметром 1/8 дюйма, заполненные 15 % Carbowax 20 M, TPA на Chromosorb WHP 100/120 меш или 10 % Carbowax 20 M, 2 % KOH Chromosorb WHP 100/120 меш или длиной 4,0 – 5,0 м, наружным диаметром 1/8 дюйма, заполненные 15 % SP 1220, 1 % H₃PO₄ на Chromosorb WAW 100/120 меш.

Температура пиролиза – 480 °C.

Газ носитель – аргон, гелий или азот, скорость потока приблизительно 20 см³/мин.

Соединяют газохроматографическую колонку и пиролизную печь напрямую или с помощью интерфейса, нагретого до температуры 250 °C.

Алкилфенил-N-нитрозамин определяют при следующих условиях.

Температура инжектора – 150 °C.

Температура термостата – 120 °C – 130 °C.

Стеклянные колонки длиной 2,0 м, наружным диаметром 1/4 дюйма, внутренним диаметром 2,0 мм, заполненные 10 % OV-101 на Chromosorb WHP 80/100 меш или 3 % OV-225 на Chromosorb WHP 80/100 меш.

Температура пиролиза – 480 °C.

Температура интерфейса – 250 °C.

Пример 2 – Капиллярные колонки

Температура инжектора – 200 °C.

Температура термостата – 60 °C, 230 °C (10 °C/мин).

Кварцевая капиллярная колонка длиной 25,0 м, диаметром 0,53 мм, с нанесенной фазой FFAP толщиной 1 мкм.

Температура пиролиза – 480 °C.

Температура интерфейса – 250 °C.

Или

Температура инжектора – 50 °C в 1 мин, 200 °C (75 °C/мин).

Температура термостата – 40 °C за 7 мин, 60 °C (1 °C/мин), 230 °C(14 °C/мин).

Кварцевая капиллярная колонка длиной 30,0 м, диаметром 0,53 мм, с нанесенной фазой SE-54 толщиной 2 мкм.

Температура пиролиза – 480 °C.

Температура интерфейса – 250 °C.

7 Методика проведения испытания

7.1 Миграция из детских сосок

7.1.1 Удаляют из баллончика компоненты, не содержащие резину или эластомеры. Для каждого испытания взвешивают не менее 10 г от каждого баллончика, т. е. всего 40 г. Переносят в лабораторный стакан с кипящей дистиллированной водой и кипятят не менее 10 мин в минимальном объеме воды, покрывающем баллончики. С помощью пинцета или щипцов вынимают баллончики из воды. Охлаждают до температуры окружающей среды, затем разрезают в продольном направлении на две части и сушат на воздухе.

7.1.2 Взвешивают не менее 10 г приготовленных баллончиков с точностью до 0,1 г и помещают в коническую колбу вместимостью 50 см³. Пипеткой добавляют 40,0 см³ раствора искусственной слюны (5.8). Закрывают притертой стеклянной пробкой и аккуратно встряхивают так,

чтобы баллончики были покрыты раствором. Закрытую колбу помещают в сушильный шкаф (6.2) при температуре (40 ± 2) °С на 24 ч (+ 30) мин.

П р и м е ч а н и е – Если масса баллончиков более 10 г, при проведении испытания пропорционально увеличивают используемые емкости и объемы реагентов, кроме внутреннего стандартного раствора, который должен быть равным 1,0 см³.

7.1.3 Сливают раствор из колбы в мерный стакан вместимостью 50 см³, закрывают притертоей стеклянной пробкой. Промывают баллончики 4,0 см³ раствора искусственной слюны (5.8), полученный раствор добавляют в мерный стакан. Разбавляют 50 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

7.1.4 Помещают пипеткой 10 см³ полученного раствора в коническую колбу вместимостью 25 см³ и закрывают притертоей стеклянной пробкой (раствор В).

7.1.5 Остаток раствора 40 см³ является раствором А.

7.2 Выделение N-нитрозаминов из раствора А

7.2.1 В раствор А (7.1.5), находящийся в мерном стакане, добавляют пипеткой 1,0 см³ внутреннего стандартного раствора (5.19) и 1,0 см³ раствора гидроокиси натрия (5.13).

П р и м е ч а н и е – Разделение испытуемого раствора может быть проведена по методу А или В.

Метод А

7.2.2 В стеклянную колонку внутренним диаметром 26 мм (6.3), дно которой закрыто пробкой из стекловолокна (6.9), добавляют 25 г диатомита или другого разделительного вещества (5.10). Верх колонки закрывают матированым стеклом (5.16) или слоем песка (5.23) толщиной 1 см.

При наполнении колонку осторожно постукивают по наружной поверхности для равномерного распределения наполнителя.

7.2.3 Закрывают мерный сосуд с раствором (7.2.1) и встряхивают, затем его медленно добавляют в подготовленную колонку с диатомитом или аналогичным разделительным веществом (7.2.2).

Распределяют испытуемый раствор как неподвижную фазу на пористую матрицу в течение 10 – 15 мин. В нижней части колонки остается сухая зона шириной 50 – 70 мм.

7.2.4 Наливают в колонку 60 – 80 см³ дихлорметана (5.9), собирают в течение 15 – 25 мин приблизительно 40 см³ экстракта со скоростью каплепадения, регулируемой пробкой из политетрафторэтилена, используя установку Кудерма-Дениша или аналогичную (6.5).

П р и м е ч а н и е – Во время элюирования дихлорметана сухая зона уменьшится до 15 – 30 мм. Этот процесс хорошо виден за счет разного окрашивания зоны диатомита, смоченной испытуемым раствором и зоной диатомита, смоченной дихлорметаном. Важно не достичь предела сухой зоны, иначе испытуемый раствор может содержать воду.

Метод В

7.2.5 Закрывают и встряхивают мерный сосуд, содержащий раствор (7.2.1), и медленно добавляют его в разделительную воронку (6.10).

7.2.6 Добавляют не менее 20 см³ дихлорметана (5.9) и энергично встряхивают в течение 1 мин. Жидкие фазы должны разделиться, для этого при необходимости их центрифугируют для разрушения эмульсии. Используя установку Кудерма-Дениша или аналогичную (6.5), собирают нижний слой и пропускают его через 30 г предварительно намоченного сульфата натрия или подходящий разделительный фильтр (5.20).

7.2.7 Повторяют два раза процедуру по 7.6.2.

7.2.8 Промывают сульфат натрия или соответствующий разделительный фильтр (5.20) 25 см³ дихлорметана (5.9) и добавляют в установку Кудерма-Дениша или аналогичную (6.5).

Концентрация N-нитрозаминов в растворе А

7.2.9 В установку Кудерма-Дениша или аналогичную (6.5), содержащую экстракт по методу А или методу В, добавляют 2 см³ n-гексана (5.1) и 2–3 гранулы (5.15). Присоединяют воздушный холодильник к установке Кудерма-Дениша (6.5). Выпаривают раствор на водяной бане (6.6) до объема 4 – 6 см³. Во избежание потерь образца, медленно нагревают водяную баню от температуры (40 ± 2) °С со скоростью приблизительно 2 °С в минуту до температуры (60 ± 2) °С. После охлаждения раствора промывают стенки испарителя и систему охлаждения 2 см³ дихлорметана (5.9).

7.2.10 Отсоединяют воздушный холодильник от колбы установки Кудерма-Дениша или аналогичной (6.5). Выпаривают раствор до объема 1 см³, пропуская поверх него поток азота (5.14).

Охлаждают раствор до температуры окружающей среды, переносят в ампулы с фланцем (6.7) и закрывают кольцом (6.7).

Регулируют поток азота так, чтобы продавливание поверхности концентрированного экстракта не превышало 4 – 5 мм, иначе экстракт перельется или переохладится.

Из-за летучести N-нитрозаминов важно, чтобы объем был не ниже минимального, указанного при концентрировании. Если концентрат испытывают более чем через 1 ч после приготовления, его хранят в темном месте при температуре ниже 5 °C.

7.3 Выделение N-нитрозобразующих веществ в виде N-нитрозаминов из раствора В

7.3.1 Добавляют в раствор В (7.1.4) пипеткой 1,0 см³ раствора соляной кислоты (5.12) и перемешивают встряхиванием. Полученный раствор с pH, приблизительно равным 1,4 выдерживают в темном месте в течение 30 мин.

7.3.2 Для получения щелочного раствора пипеткой добавляют 2,0 см³ раствора гидроксида натрия (5.13) и 1,0 см³ внутреннего стандартного раствора (5.19), затем встряхивают.

П р и м е ч а н и е – Разделение испытуемого раствора может быть проведена по методу С или D.

Метод С

7.3.3 Готовят 8 г диатомита или другого разделительного вещества (5.10) и стеклянную колонку внутренним диаметром 15 мм (6.4) в соответствии с 7.2.2.

7.3.4 Помещают раствор (7.3.2) в колонку, подготовленную по 7.2.3.

7.3.5 Добавляют 25 – 30 см³ дихлорметана (5.9) в колонку и собирают приблизительно 15 см³ экстракта, как описано в 7.2.4.

Метод D

7.3.6 Добавляют в разделительную воронку (6.11) раствор (7.3.2).

7.3.7 Добавляют не менее 10 см³ дихлорметана (5.9) и энергично встряхивают в течение 1 мин. Собирают нижний органический слой в колбу установки Кудерма-Дениша или аналогичной, как описано в 7.2.6.

7.3.8 Дважды повторяют процедуру по 7.3.7.

7.3.9 Промывают сульфат натрия или разделительный фильтр (5.10), как описано в 7.2.8, и добавляют в колбу установки Кудерма-Дениша или аналогичной (6.5).

Концентрация смеси N-нитрозобразующих веществ как N-нитрозаминов в растворе В

7.3.10 Концентрируют экстракт, полученный по методу С или методу D до конечного объема приблизительно равного 1 см³, как описано в 7.2.9 или 7.2.10.

7.4 Холостое испытание

Проводят все указанные в 7.1.2 – 7.3.9 процедуры, но без баллончиков сосок и стадии экстракции (7.1.2).

7.5 Хроматография

В газохроматографическую систему впрыскивают 1 – 10 мкдм³ экстракта при условиях по 6.13. Испытывают такие же объемы стандартных растворов (5.18) и внутреннего стандартного раствора (5.19).

Для получения точных результатов рекомендуют проводить испытания в день подготовки экстракта. Если это невозможно, экстракты и стандартные растворы хранят в темном месте при температуре ниже 5 °C.

8 Обработка результатов

8.1 Содержание N-нитрозаминов в растворе А

8.1.1 Вычисляют количество индивидуального N-нитрозамина по формулам 1 и 2:

$$M = \frac{5FA_{NA}}{4A_{NDiPA^R}}, \quad (1)$$

где M – количество N-нитрозамина, выделенного из образца в испытуемый раствор искусственной слюны, скорректированный по отношению к добавленному раствору NDiPA с восстановительной скоростью внутреннего стандартного раствора, мкг/кг;

F – коэффициент, вычисленный по формуле 2;

A_{NA} – площадь пика определяемого N-нитрозамина, выделенного из образца в испытуемый раствор искусственной слюны (раствор А);

A_{NDiPA^R} – площадь пика N_{DiPA} внутреннего стандартного раствора, восстановленный из раствора А.

$$F = \frac{VCA_{NDiPA^I}V_{NASTD}}{GA_{NASTD}V_{NDiPA^I}}, \quad (2)$$

где V – объем добавленного внутреннего раствора N_{DiPA}, см³;

C – концентрация определяемого N-нитрозамина в стандартном растворе, мкг/дм³;

A_{NDiPA^I} – площадь пика прямого впрыскивания внутреннего раствора N_{DiPA};

V_{NASTD} – впрыснутый объем стандартного N-нитрозамина, мкг/дм³;

G – взвешенная проба испытуемого материала, г;

A_{NASTD} – площадь пика определяемого N-нитрозамина в стандартном растворе;

V_{NDiPA^I} – впрыснутый объем добавленного внутреннего раствора N_{DiPA}, мкдм³.

8.1.2 Вычисляют общее содержание N-нитрозаминов, суммируя количество обнаруженных N-нитрозаминов. Если для определяемого N-нитрозамина нет сигнала детектора, т.е. высота пика трижды находится на нулевом уровне, отмечают «Не определен» и значение считают «0».

П р и м е ч а н и е – Изделие соответствует требованиям Директивы [1], если общее содержание обнаруженных N-нитрозаминов в эластомере или резине не более 0,01 мг/кг с учетом аналитической поправки по разделу 9.

8.2 Содержание N-нитрозобразующих веществ в растворе В, рассчитанное как N-нитрозамины

8.2.1 Вычисляют количество каждого обнаруженного N-нитрозамина по формулам 2 и 3. Из полученных значений вычитывают количество обнаруженных N-нитрозаминов, вычисленное для раствора А

$$M = \frac{5FA_{NA}}{A_{NDiPA^R}}, \quad (3)$$

где M – количество N-нитрозамина, выделенного из образца в испытуемый раствор искусственной слюны, мкг/кг, скорректированный по отношению к добавленному раствору N_{DiPA} с восстановительной скоростью внутреннего стандартного раствора;

F – коэффициент, вычисленный по формуле 2;

A_{NA} – пик обнаруженного N-нитрозамина, мигрирующего из образца в испытуемый раствор искусственной слюны (раствор В);

A_{NDiPA^R} – пик N_{DiPA} внутреннего раствора, восстановленного из испытуемого раствора В.

8.2.2 Вычисляют общее содержание N-нитрозобразующих веществ, суммируя количества обнаруженных N-нитрозаминов, вычисленных для раствора А. Если для определяемого N-

нитрозамина нет сигнала детектора, т. е. высота пика трижды находится на нулевом уровне отмечают «Не определен» и значение считают «0».

П р и м е ч а н и е – Изделие соответствует требованиям Директивы [1], если общее содержание обнаруженных N-нитрозобразующих веществ в эластомере или резине не более 0,01 мг/кг с учетом аналитической поправки по разделу 9.

9 Аналитическая поправка

9.1 Для получения скорректированного аналитического результата любые аналитические результаты, полученные по разделу 8, превышающие пределы, указанные в 8.1.2 и 8.2.2, должны быть скорректированы вычитанием из полученных значений аналитической поправки, приведенной ниже.

9.2 Считают, что изделия соответствуют требованиям Директивы [1], если установленный аналитический результат менее пределов, установленных в 8.1.2 и 8.2.2.

Аналитическая поправка для нитрозаминов – 0,01 мг/кг.

Аналитическая поправка для нитрозобразующих – 0,1 мг/кг.

П р и м е ч а н и е – При проведение межлабораторных испытаний необходимо учитывать установленную аналитическую поправку, обусловленную разной точностью методов, приведенных в настоящем стандарте.

Пример

Аналитический результат для N-нитрозаминов – 0,018 мг/кг.

Аналитическая поправка – 0,01 мг/кг.

Установленный аналитический результат равен:

$$0,018 \text{ мг/кг} - 0,01 \text{ мг/кг} = 0,008 \text{ мг/кг}.$$

Считают, что это соответствует требованиям Директивы [1].

10 Подтверждение обнаруженных N-нитрозаминов

10.1 Если содержание N-нитрозаминов, обнаруженных в испытуемом растворе искусственной слюны, превышает или равно пределам, установленным в 8.1.2 и 8.2.2, обнаруженные N-нитрозамины и их количество должны быть подтверждены одним из следующих методов:

а) помещают аликовту оставшегося образца в чистую стеклянную ампулу, пропускающую УФ излучение, и подвергают ее УФ излучению в течение 3 ч, при длине волны 366 нм вместе с соответствующим стандартным раствором (5.19) в другой ампуле. При газохроматографическом исследовании любые пики, указывающие на присутствие N-нитрозаминов, могут исчезнуть или значительно сократится из-за распада. Если пики образца под воздействием облучения сократятся значительно, первоначальные пики были можно положительными и дальнейшее определение присутствия N-нитрозаминов не требуется;

б) используют другую колонку с неподвижной фазой, имеющей другую полярность;

с) используют метод масс-спектрометрии.

10.2 Если будет доказано, что некоторые пики не соответствуют N-нитрозаминам после проведения вышеуказанных процедур, пересчитывают общее содержание N-нитрозаминов, включая только те пики, которые соответствуют N-нитрозаминам.

11 Протокол испытания

11.1 В протоколе испытания в соответствии с ISO/IEC 17025 должны быть четко и однозначно указаны результаты испытания, проведенные лабораторией, а также другая необходимая информация. Желательно, чтобы в протокол были включены неустановленные и установленные аналитические результаты для каждого N-нитрозамина и общее содержание N-нитрозаминов и N-нитрозобразующих веществ.

11.2 Протокол испытания должен содержать:

а) наименование и адрес испытательной лаборатории и место проведения испытания, если оно отличается от места расположения испытательной лаборатории;

б) идентификацию протокола (номер), номер каждой страницы и общее количество страниц;

- c) описание и идентификацию образца для испытания;
- d) по возможности описание процедуры отбора образца;
- e) дату получения образца для испытания и дату(ы) проведения испытания;
- f) метод испытания или описание методики проведения испытания.

Библиография

- [1] Directive 93/11/EEC, Commission Directive of 15 March 1993 concerning release of N-nitrosoamines and N-nitrosatable substances from elastomer or rubber teats and soothers
(Директива 93/11/ЕЕС, Директива комиссии от 15 марта 1993, касающаяся миграции нитрозамином и нитрозобразующих веществ из эластомерных или резиновых баллончиков и сосок)

**Приложение ДА
(справочное)**

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение и наименование европейского регионального стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование межгосударственного стандарта |
|---|----------------------|--|
| ISO/IEC 17025:2005 Общие требования к компетентности испытательных и поверочных лабораторий | IDT | ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий |
| ISO 3696:1987 Вода для лабораторных аналитических испытаний. Требования и методы испытаний | — | * |
| <p>*Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. Оригинал европейского регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.</p> | | |

УДК 615.477.84:006.354

МКС 83.140

IDT

Ключевые слова: предметы ухода за детьми, детские соски, резина, эластомеры, N-нитрозамины, N-нитрозобразующие вещества, методы определения

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84¹/₈.
Усл. печ. л. 1.86. Тираж 31 экз. Зак. 1142.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru