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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 12868 — 2013

ПРЕДМЕТЫ УХОДА ЗА ДЕТЬМИ. СОСКИ ДЕТСКИЕ

Методы определения нитрозаминов и нитрозобразующих веществ

(EN 12868:1999, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

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- нитрозобразующих 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 детские 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 так же 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 восстанавливаться 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).

Издание официальное

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 sudstance): 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

Примечание – Срок хранения указанного реактива не более двух лет.

5.6 Раствор соляной кислоты (HCl) = 1 моль/дм^3

5.7 Раствор гидроокиси натрия (NaOH)=0,1 моль/дм^3.

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 см^2. 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 дм^3 и разбавляют до отметки водой.

Примечание – 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 м^2/г, размером пор 3000 – 8500 нм, размером частиц 150 – 650 мкм; нагревают в течение

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

Примечание – Можно использовать другой фильтр, соответствующий диатомиту.

5.11 *н*-Гексан.

5.12 Раствор соляной кислоты (HCl)=1 моль/дм^3.

5.13. Раствор гидроокиси натрия (NaOH)=1 моль/дм^3.

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 *н*-гексане (5.11) с известным количеством N-нитрозаминов для определения в интервале от 100 до 300 нг/см^3. 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-нитрозоморфолин (NMOR),
- N-нитрозодибензиламин (NDBzA),
- N-нитрозодиизонониламин (NDiNA) или N-нитрозо 3,5,5-триметилгексиламин,
- 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/см^2 N-нитрозодиизопропиламина в ацетоне или другом подходящем растворителе (5.12), не содержащий других N-нитрозаминов.

Примечание – 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 °С защищенными алюминиевой фольгой.

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

5.21 Раствор аммиака в воде (NH_3)=0,1 моль/дм^3.

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 аммиака (5.21), промывают водой и сушат.

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

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.

Примечание – Допускается использовать другую установку при условии, что она соответствует установке Кудерна-Даниша.

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

6.7 Ампулы с фланцем, которые можно закрыть кольцом, с мембраной, 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 см^3.

6.11 Разделительная воронка вместимостью 100 см^3.

6.12 Хемилюминисцентный детектор достаточной чувствительности (термоэнергетический анализатор).

Примечание – 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.

Примечание – 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 °С.

Температура термостата – 200 °С.

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 % H_3PO_4 на Chromosorb WAW 100/120 меш.

Температура пиролиза – 480 °С.

Газ носитель – аргон, гелий или азот, скорость потока приблизительно 20 $см^3$/мин.

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

Алкилфенил-N-нитрозамин определяют при следующих условиях.

Температура инжектора – 150 °С.

Температура термостата – 120 °С – 130 °С.

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 °С.

Температура интерфейса – 250 °С.

Пример 2 – Капиллярные колонки

Температура инжектора – 200 °С.

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

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

Температура пиролиза – 480 °С.

Температура интерфейса – 250 °С.

Или

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

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

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

Температура пиролиза – 480 °С.

Температура интерфейса – 250 °С.

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 $см^3$. Пипеткой добавляют 40,0 $см^3$ 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.

Примечание – Если масса баллончиков более 10 г, при проведении испытания пропорционально увеличивают используемые емкости и объемы реактивов, кроме внутреннего стандартного раствора, который должен быть равным 1,0 см^3.

7.1.3 Сливают раствор из колбы в мерный стакан вместимостью 50 см^3, закрывают притертой стеклянной пробкой. Промывают баллончики 4,0 см^3 раствора искусственной слюны (5.8), полученный раствор добавляют в мерный стакан. Разбавляют 50 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

7.1.4 Помещают пипеткой 10 см^3 полученного раствора в коническую колбу вместимостью 25 см^3 и закрывают притертой стеклянной пробкой (раствор В).

7.1.5 Остаток раствора 40 см^3 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 см^3 внутреннего стандартного раствора (5.19) и 1,0 см^3 раствора гидроокиси натрия (5.13).

Примечание – 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 матированным 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 см^3 дихлорметана (5.9), собирают в течение 15 – 25 мин приблизительно 40 см^3 экстракта со скоростью каплепадения, регулируемой пробкой из политетрафторэтилена, используя установку Кудерма-Дениша или аналогичную (6.5).

Примечание – 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 см^3 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 см^3 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 см^3 *н*-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 см^3. 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 см^3 дихлорметана (5.9).

7.2.10 Отсоединяют воздушный холодильник от колбы установки Кудерма-Дениша или аналогичной (6.5). Выпаривают раствор до объема 1 см^3, 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 °С.

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 $см^3$ 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 $см^3$ раствора гидроксида натрия (5.13) и 1,0 $см^3$ внутреннего стандартного раствора (5.19), затем встряхивают.

Примечание – 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 $см^3$ дихлорметана (5.9) в колонку и собирают приблизительно 15 $см^3$ 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 $см^3$ 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 $см^3$, 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 мкдм^3 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 °С.

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.

$$F = \frac{VCA_{NDiPA^1}V_{NASTD}}{GA_{NASTD}V_{NDiPA^1}}, \quad (2)$$

где V – объем добавленного внутреннего раствора N_{DiPA}, см^3;

C – концентрация определяемого N-нитрозамина в стандартном растворе, мкг/дм^3;

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

V_{NASTD} – впрыснутый объем стандартного N-нитрозамина, мкг/дм^3;

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}, мкдм^3.

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».

Примечание – 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 вычитают 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 находиться на нулевом уровне отмечают «Не определен» и значение считают «0».

Примечание – 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 полученныхзначений 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.

Примечание – 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 мг/кг – 0,01 мг/кг = 0,008 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:

a) помещают аликвоту 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 ложно положительными и дальнейшее определение присутствия N-нитрозаминов не требуется;

b) используют другую колонку с неподвижной фазой, имеющую другую полярность;

c) 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:

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

b) 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/EEC, 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	–	*

*Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. Оригинал европейского регионального стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

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 60x84 1/8.
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.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru