

ПОСТАНОВЛЕНИЕ
КАБИНЕТА МИНИСТРОВ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

291 Об утверждении **Общего технического регламента о безопасности полиграфической продукции для образовательных учреждений**

В соответствии с Законом Республики Узбекистан «О техническом регулировании» и в целях установления единых требований по безопасности полиграфической продукции для образовательных учреждений Кабинет Министров **постановляет:**

1. Утвердить **Общий технический регламент о безопасности полиграфической продукции для образовательных учреждений** согласно приложению и ввести его в действие по истечении шести месяцев со дня официального опубликования.

2. Агентству «Узстандарт» совместно с уполномоченными государственными органами:

в месячный срок провести инвентаризацию нормативной базы отрасли и по ее итогам определить конкретный перечень ранее принятых нормативных документов по стандартизации, устанавливающих обязательные требования к безопасности полиграфической продукции для образовательных учреждений;

осуществить меры по отмене обязательного характера и приобретению

добровольности их применения со дня введения в действие Общего технического регламента о безопасности полиграфической продукции для образовательных учреждений в установленном порядке.

3. Узбекскому агентству по печати и информации совместно с Национальной телерадиокомпанией Узбекистана, с широким привлечением средств массовой информации, организовать проведение информационно-разъяснительной работы среди населения, органов государственного и хозяйственного управления, субъектов предпринимательской деятельности о целях и содержании требований по обеспечению безопасности полиграфической продукции для образовательных учреждений.

4. Контроль за исполнением настоящего постановления возложить на заместителя премьер-министра Республики Узбекистан У.У. Розукулова.

**Премьер-министр
Республики Узбекистан**

Ш. МИРЗИЁЕВ

г. Ташкент,
3 июня 2015 г.,
№ 146

ПРИЛОЖЕНИЕ
к постановлению Кабинета Министров
от 3 июня 2015 года № 146

**ОБЩИЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ РЕГЛАМЕНТ
о безопасности полиграфической продукции
для образовательных учреждений**

Глава I. Общие положения

**§ 1. Цели и область применения Общего технического
регламента**

1. Настоящий Общий технический регламент устанавливает требования безопасности к полиграфической продукции, используемой в сфере дошкольного, общего среднего и среднего специального профессионального образования (далее — ССПО), разработан в целях защиты жизни и здоровья пользователей, охраны окружающей среды, а также предупреждения действий, вводящих в заблуждение приобретателей продукции, и распространяется на следующие виды полиграфической продукции:

- а) полиграфическая продукция для письма:
 - тетради школьные;
 - тетради общие;
 - дневники школьные рейтинговые;

тетради и альбомы для рисования;
раскраски;
б) учебное издание:
учебник;
учебное пособие;
учебно-методический комплекс;
практикум (прописи, печатная рабочая тетрадь для обучаемого, альбом-задачник, тетрадь для творческих заданий);
в) издания для дополнительного образования:
литературно-художественные;
научно-популярные;
периодические (журналы, газеты);
справочные (словари, каталоги и др.);
энциклопедические;
для досуга (стикеры, комиксы, кроссворды и др.).

§ 2. Термины и определения

2. Для целей настоящего Технического регламента используются понятия, установленные Законом Республики Узбекистан «О техническом регулировании», а также применяются следующие термины:

видимость текста — качество бумаги (цвет, непрозрачность, гладкость), качество печати (контрастность наборного знака и фона, насыщенность и прочность краски);

вредные вещества — химические вещества, которые во время использования изделия могут вызвать негативные последствия для состояния здоровья пользователя продукции при наличии их в материале, из которого изготовлена продукция, в количествах превышающих предельно допустимые концентрации (ПДК);

выпуск продукции в обращение — продукция, отправляемая со склада изготовителя, продавца либо лица, выполняющего функции иностранного изготовителя, или отгружаемая без складирования, или импортируемая для реализации на территории Республики Узбекистан;

гигиенические требования безопасности — требования к полиграфической продукции, параметрам шрифтового оформления и приемам оформления текстов в зависимости от вида издания, объема текста одновременного прочтения и возраста пользователя продукции.

макулатура — отходы бумажного производства, отслужившие свой срок изделия из бумаги и картона;

нормальное начертание шрифта — это отношение ширины очка к его высоте в зависимости от гарнитуры в пределах от 66,5% до 78% соответственно;

оптическая плотность — мера ослабления света прозрачными объектами или отражения света непрозрачными объектами. Это десятич-

ный логарифм от величины, обратной к коэффициенту пропускания (отражения);

оригинал-макет — оригинал издания (книги), каждая страница которого полностью совпадает с соответствующей страницей будущего издания;

полиграфические материалы — бумага, картон, клеящие материалы, краска полиграфическая, пленка для ламинирования;

пользователи продукции — учащиеся образовательных учреждений, использующие продукцию, являющуюся объектом настоящего общего технического регламента;

приобретатель продукции — физическое или юридическое лицо, имеющее намерение приобрести продукцию либо приобретающее ее;

удобочитаемость — влияние печатных знаков (размера шрифта), гарнитур (рисунка шрифта) и цвета печатных красок, формата полосы набора и характера расположения на странице (длина строки, межстрочные расстояния — интерлиньяж, размер полей), емкости шрифта (плотности набора) на зрение при чтении;

химическая безопасность — состояние изделия, при котором отсутствует риск, связанный с причинением вреда здоровью или угрозой жизни из-за превышения уровня концентрации вредных для здоровья пользователя химических веществ.

Глава II. Требования безопасности к полиграфической продукции для письма

§ 1. Требования к санитарно-химическим показателям

3. Полиграфические материалы, применяемые для изготовления полиграфической продукции для письма, должны иметь санитарно-эпидемиологические заключения, подтверждающие их безопасность для здоровья.

4. Полиграфическая продукция для письма должна соответствовать требованиям химической безопасности и не выделять вредные вещества в модельную (воздушную и водную) среду в количестве, превышающем показатели, приведенные в приложении № 1 к настоящему Общему техническому регламенту.

§ 2. Основные параметры

5. Параметры полиграфической продукции для письма должны соответствовать требованиям, приведенным в приложении № 2 к настоящему Общему техническому регламенту.

Применение газетной бумаги и глянцевой бумаги не допускается.

6. Для обложки — используется бумага обложечная тетрадная, а также другие виды обложечной бумаги с соответствующими показателями гладкости, механической прочности и степени проклейки. Допускается исполь-

зовать для обложек школьных тетрадей объемом 24 листа переплетный материал и другие материалы.

7. В зависимости от расположения линий устанавливаются следующие виды линовок:

1, 2 — в одну горизонтальную линию;

3 — в две горизонтальные линии различной интенсивности;

4 — в две горизонтальные линии различной интенсивности с редкими наклонными линиями;

Для тетрадей в клетку устанавливаются следующие параметры линовок:

5 — в клетку размером 5 x 5 мм ± 0,05;

6 — в клетку размером 7 x 7 мм ± 0,05.

8. Линовки и размеры полей школьных тетрадей должны соответствовать требованиям, указанным в приложении № 3 к настоящему Общему техническому регламенту.

9. Тетради школьные объемом 12 листов должны изготавливаться с видами линовок 1, 2, 3, 4, тетради объемом 18 и 24 листа — с видами линовок 2, 5.

Цвет основных линий — фиолетовый, зеленый, голубой, серый; линий бокового поля — красный.

Необходимо использовать краски, разрешенные Министерством здравоохранения Республики Узбекистан.

Не допускается непролиновка строк и разная насыщенность краски.

Горизонтальные линии на разворотах должны совпадать. Предельные отклонения между ближайшими линиями не должны превышать 2,0 мм.

10. Дневники школьные рейтинговые должны выпускаться в соответствии с образцом-эталоном, согласованным с Министерством народного образования Республики Узбекистан.

11. В бумаге для изготовления тетрадей и альбомов для рисования число соринок площадью до 0,5 мм² на 1 м² — не более 150, соринки площадью более 0,5 мм² не допускаются.

12. В раскрасках минимальный линейный размер элементов рисунка должен быть не менее 5 мм.

13. Обрез полиграфической продукции для письма должен быть ровным, без прорывов краев, не должны иметь надрывов, порезов, помарок, складок, морщин, залощенных и матовых полос и других дефектов, ухудшающих вид изделий.

14. На полиграфической продукции для письма допускается размещать: на первой странице обложки портреты ученых, мыслителей, великих исторических личностей, государственных деятелей, писателей и поэтов, которые внесли свою лепту в развитие социально-гуманитарных наук, математических, естественных и технических наук, утвержденную краткую информацию о них, об их творчестве и открытиях, их афоризмы;

на четвертой странице, исходя из назначения, справочные материалы, алфавит, государственный гимн, исторические даты и грамматические пра-

вила, таблица Пифагора, проблемные задачи, различные единицы измерения, образцы по решению примеров и задач, согласованные с Министерством народного образования Республики Узбекистан.

15. Размещать другую информацию на обложках полиграфической продукции для письма не допускается.

Глава III. Требования безопасности к учебным изданиям и изданиям для дополнительного образования

§ 1. Требования к санитарно-химическим показателям

16. Учебные издания должны соответствовать требованиям химической безопасности и не выделять вредные вещества в модельную (воздушную и водную) среду в количестве, превышающем показатели, приведенные в приложении № 1 к настоящему Общему техническому регламенту.

§ 2. Основные параметры

17. Параметры учебных изданий должны соответствовать требованиям, приведенным в приложении № 4 к настоящему Общему техническому регламенту.

Не допускается применение газетной и глянцевого бумаги.

18. В зависимости от возрастной категории издания предназначаются:

для — 1 — 4-го классов;

для — 5 — 9-го классов;

для ССПО.

19. Вес издания должен быть не более:

300 гр для 1 — 4-го классов;

400 гр для 5 — 6-го классов;

500 гр для 7 — 9-го классов;

600 гр для ССПО.

Издания весом более 600 гр предназначаются только для библиотечного пользования.

20. В зависимости от характера предъявления и объема информационного материала для одновременного прочтения и усвоения издания по учебным дисциплинам подразделяются на:

гуманитарные: арифметика (букварь), родная речь, обществознание, окружающий мир, литература, лингвистика (языкознание: узбекский и иностранные языки), основы безопасности жизнедеятельности, предметы эстетического цикла, физическая культура, трудовое обучение, допризывная подготовка и т. п., социальные (общественные) дисциплины: история, государственное право, логика, психология и т. п.;

естественные: физика, химия, география, биология, астрономия и т. п.;

формальные: математика, алгебра, информатика и т. п.;

специальные дисциплины для профессионального образования.

21. Издания для дополнительного образования в зависимости от реальной зрительной нагрузки при чтении подразделяются на две категории:

а) первая:

литературно-художественные;

научно-популярные;

периодические (журналы, газеты);

б) вторая:

справочные (словари, каталоги и т. п.);

энциклопедические;

для досуга (стикеры, комиксы, кроссворды и т. п.).

22. Издания для дополнительного образования в соответствии с возрастными физиологическими особенностями органов зрения читателя подразделяются на следующие четыре группы:

первая возрастная группа — издания для детей старшего дошкольного возраста от 4 до 6 лет включительно;

вторая возрастная группа — издания для детей младшего школьного возраста от 7 до 10 лет включительно;

третья возрастная группа — издания для детей среднего школьного возраста от 11 до 14 лет включительно;

четвертая возрастная группа — для детей старшего школьного возраста от 15 до 17 лет включительно.

§ 3. Требования к шрифтовому оформлению

23. Гигиенические требования, предъявляемые к основным элементам оформления учебных изданий (гарнитура, размер шрифта, длина строки и другие показатели) определяются возрастными категориями детей, в частности, особенностями развития зрительного анализатора. Величина зрительной нагрузки при чтении зависит от условий видимости и удобочитаемости.

24. Ввиду применения при формировании оригинал-макета издания различных компьютеров и программного обеспечения, размеры шрифта текста в полиграфической продукции даются в абсолютных величинах — мм и относительных величинах — кегль в соответствии с приложением № 5 к настоящему Общему техническому регламенту.

25. В рабочей тетради отводится свободное пространство площадью не менее чем 30% на каждой странице для выполнения заданий учеником.

26. В учебных изданиях для общего среднего образования и ССПО:

а) применяются шрифты нормального или широкого, светлого или полужирного начертания;

б) двухколонный набор текста допускается только для стихов и перечня списка слов, с расстоянием между колонками 12 мм (1 — 4-й классы), в букваре — 18 мм, для специализированных школ — 16 мм, для старших классов и ССПО — 9 мм;

в) для специализированных школ применяются шрифты только из группы рубленых или новых малоконтрастных;

г) при оформлении буквенных, числовых и химических формул кегль шрифта основных элементов формул может быть на 2 пункта (1 пункт в системе Дидо равен 0,376 мм) меньше кегля шрифта основного текста, для вспомогательных элементов формул применяется не менее чем 6 кегль;

д) не допускается применять:

шрифты узкого начертания;

для основного и дополнительного текста выворотку шрифта и цветные краски;

для выделения текста выворотку шрифта и цветные краски на цветном фоне;

цветной и серый фон в прописях и рабочих тетрадах на участках, предназначенных для письма;

для наглядных изображений (график, схема, таблица, диаграмма и т. п.) цветные краски на цветном фоне;

для основного и дополнительного текста набор в три и более колонок.

Оптическая плотность фона при печати текста на цветном и сером фоне и (или) многокрасочных иллюстрациях должна быть не более 0,3, при печати вывороткой шрифта — не менее 0,4.

27. При оформлении алифбе (букваря):

а) применяются шрифт высотой 18 — 36 кеглей, гарнитура рубленая;

б) списки слов в столбик при количестве слов в столбике не более четырех и расстоянии между столбиками не менее $3/4$ квадрата;

в) количество переносов на странице не должно превышать 4;

г) минимальная длина строки $6\frac{1}{2}$ (117 мм), максимальная — $7\frac{3}{4}$ квадрата;

д) при шрифте 18 кегль емкость строки должна быть не более 5,4 при кириллической графической основе и 6,0 зн/к — при использовании латинской графической основы;

е) общая площадь иллюстраций на полосе букварной части букваря рекомендуется не менее 50%, в послебукварной части — не менее 30%.

28. В учебных изданиях для 1 — 4-го классов:

а) применяются шрифты из группы рубленых или новых малоконтрастных;

б) при печати текста объемом более 200 знаков на цветном (сером) фоне кегль шрифта должен быть на 2 пункта больше высоты шрифта основного текста, увеличение интерлиньяжа — не менее 2 пунктов;

в) междусловный пробел должен быть не менее высоты шрифта основного текста;

г) допускается применение не более трех цветных красок;

д) для подписей к иллюстрациям рекомендуется применять шрифт высотой не менее 12 кегля;

е) не допускается применение шрифтов с наклонными осями округлых букв (шрифты из группы медиевальных).

Для изданий по математике допускается 14 кегль для 1 — 4-го классов, с минимальной длиной строки 90 мм.

В практикумах по естествознанию для 2 — 4 классов допускается использовать шрифт высотой 12 кегля с емкостью не менее 7,7 зн/кв, для дополнительного текста использовать 11 кегль с объемом текста не более 200 знаков.

Текстовое оформление учебных изданий для 1 — 4-го классов должны соответствовать требованиям приложения № 6 к настоящему Общему техническому регламенту.

29. В учебных изданиях для 5 — 9-го классов и ССПО:

а) междусловный пробел должен быть не менее половины высоты шрифта основного текста;

б) для выделения текста допускается не более двух цветных красок;

в) тремя и более колонками разрешается размещать списки слов и словосочетаний (в изданиях по гуманитарным дисциплинам), хронологический материал только при расстоянии между колонками не менее 9 мм, при наличии разделительной линии — не менее 6 мм;

г) для наглядных изображений (график, схема, таблица, диаграмма и другое) применяются не более трех красок, в том числе черной краски. Кегль шрифта надписей на наглядных изображениях должен быть не менее 8.

Требования к текстовому оформлению учебных изданий для 5 — 9-го классов и ССПО приведены в приложениях №№ 7 — 11 к настоящему Общему техническому регламенту.

30. Для картографических надписей в учебных изданиях для 1 — 4 классов необходимо применять шрифт кеглем не менее 10, для 5 — 9-го классов — не менее 9, для ССПО — не менее 8.

31. В текстовой части комбинированных учебных изданий для 1-2-го классов допускается применять шрифт равный 16, для 2-3-го и 3-4-го классов — не менее 14, 4-5-го классов — не менее 12, для 5-го класса и выше 11 кегль.

32. В изданиях для дополнительного образования:

шрифтовое оформление заголовков не регламентируется;

применяются шрифты, нормального или широкого, светлого или полужирного начертания;

при печати черной краской интервал оптических плотностей элементов изображения текста и бумаги в издании должен быть не менее 0,7. Не допускается печать текста с нечеткими (рваными) штрихами знаков.

Разрешается применение шрифтов следующих начертаний:

полужирного — при использовании кегля не менее кегля шрифта основного текста;

курсивного — при использовании кегля шрифта на 2 пункта больше кегля шрифта основного текста;

увеличение интерлиньяжа не менее чем на 2 пункта.

Издания, предназначенные для детей до 4 лет, к информации о читательском адресе, следует добавить: «Для чтения взрослыми детям».

33. К тексту в изданиях для детей первой возрастной группы не следует применять:

- цветные краски (кроме выделений);
- выворотку шрифта;
- многоколонный набор (кроме стихов);
- рисованные шрифты (кроме выделений).

В изданиях второй категории при печати цветными красками на цветном фоне кегль шрифта должен быть не менее 20 при объеме текста — не более 200 знаков.

Для стихов допускается двухколонный набор при расстоянии между колонками не менее 12 мм.

При применении рисованных шрифтов их размер — кегль должен быть не менее 20.

При кегле шрифта основного текста менее 16, кегль шрифта выделений текста цветными красками должен быть не менее 18.

Площадь иллюстраций на полосе издания должна быть не менее 50%.

В многокрасочных иллюстрациях (на цветном, сером фоне) необходимо применять рубленые шрифты, кегль шрифта не менее 18, а при объеме текста на странице 200 знаков и менее 16 кегль — интерлиньяж не менее 4 пунктов.

Требования к текстовому оформлению изданий для первой возрастной группы приведены в приложении № 12 к настоящему Общему техническому регламенту.

34. К тексту в изданиях для детей второй возрастной группы не следует применять:

- цветные краски;
- выворотку шрифта;
- многоколонный набор;
- рисованные шрифты.

Для печати основного и дополнительного текста на цветном, сером фоне, многокрасочных иллюстрациях следует применять следующее шрифтовое оформление:

рубленные шрифты полужирного, нормального или широкого прямого начертания;

кегель шрифта основного текста не менее 14 пунктов;

кегель шрифта дополнительного текста объемом не более 200 знаков на странице — не менее 12 пунктов;

оптическая плотность фона для выворотки шрифта не менее 0,5.

Для дополнительного текста объемом более 600 знаков на странице следует применять шрифтовое оформление, установленное для основного текста.

Для подписей под иллюстрациями рекомендуется применять шрифт кеглем не менее 12 пунктов и располагать их от края иллюстрации на расстоянии не менее 4 мм.

Общая площадь иллюстраций в издании рекомендуется не менее 30%.

Требования к текстовому оформлению в изданиях для второй возрастной группы приведены в приложении № 13 к настоящему Общему техническому регламенту.

35. К тексту в изданиях для детей третьей возрастной группы не следует применять:

- выворотку шрифта;
- цветные краски;
- многоколонный набор.

Для стихов допускается двухколонный набор только при расстоянии между колонками не менее 9 мм, считая от конца самой длинной строки в первой колонке.

В изданиях первой категории с общей площадью иллюстраций не менее 30% допускается двухколонный набор только при использовании мало-контрастных шрифтов нормального светлого прямого начертания с емкостью не более 9,5 знаков на квадрат.

Для дополнительного текста объемом не более 1500 знаков на странице и выделений применяются цветные краски и выворотка шрифта только в следующем шрифтовом оформлении:

- кегель шрифта не менее 12 пунктов;
- длина строки не менее $2\frac{1}{4}$ квадрата (кроме выделений);
- оптическая плотность фона для выворотки шрифта не менее 0,5.

Требования к текстовому оформлению в изданиях для третьей возрастной группы приведены в приложении № 14 к настоящему Общему техническому регламенту.

36. В текстовой части изданиях для детей четвертой возрастной группы допускается:

- применение не более двух цветных красок;
- применение текста на цветном, сером фоне, многокрасочных иллюстрациях шрифтовое оформление не менее 9 кегля полужирного начертания.

Требования к текстовому оформлению в изданиях для четвертой возрастной группы приведены в приложении № 15 к настоящему Общему техническому регламенту.

37. Учебные издания и издания для дополнительного образования (кроме периодических и изданий для досуга), независимо от вида, должны соответствовать следующим требованиям:

корешковые поля на развороте текстовых страниц издания должны быть не менее 26 мм, а на странице не должен быть менее 10 мм;

на полях страницы, кроме корешковых, допускается размещать условные обозначения, наглядные изображения и текст объемом не более 50 знаков на расстоянии не менее 5 мм от полосы.

Не допускаются:

дефекты, приводящие к искажению или потере информации, ухудшающие удобочитаемость, условия чтения;

непропечатка (потеря элементов изображения), смазывание, отмарывание краски, забитые краской участки, пятна, царапины, сдвоенная печать;

затеки клея на обрезы или внутрь блока, вызывающие склеивание страниц и повреждение текста или иллюстраций при раскрытии;
деформация блока или переплетной крышки;
печать текста с нечеткими штрихами знаков.

Глава IV. Упаковка полиграфической продукции для письма, учебных изданий и изданий для дополнительного образования

§ 1. Требования к упаковке

38. Полиграфическая продукция для письма и учебные издания должны заворачиваться в оберточную бумагу, пачки, коробки, гофроящики или полиэтиленовую термоусадочную пленку, обеспечивающие сохранность полиграфической продукции.

39. Масса брутто полиграфической продукции в упаковке не должна превышать 30 кг.

§ 2. Требования к маркировке

40. Маркировку упаковки с полиграфической продукцией наносят на этикетку, прикрепляемую к упаковке изделий или группе изделий.

Маркировка упаковки должна содержать следующую информацию:

- страна, где изготовлена продукция;
- фирменное наименование изготовителя (продавца или уполномоченного представителя иностранного изготовителя);
- адрес изготовителя (продавца или уполномоченного представителя иностранного изготовителя);
- наименование и (или) вид (назначение) изделия;
- количество продукции в упаковке (штук);
- условия хранения;
- манипуляционные знаки («Боится сырости», «Беречь от нагрева»).

41. Маркировка продукции должна быть достоверной, проверяемой и легко читаемой и должна быть представлена на государственном языке.

42. В отношении товара, подлежащего обязательной сертификации, потребителю должна предоставляться информация о его сертификации.

43. Полиграфическая продукция для письма должна содержать следующую информацию:

- наименование и адрес типографии;
- дату выпуска;
- назначение продукции;
- информацию о сертификации;
- основные размеры;
- номер заказа;

объем листов.

44. Учебные издания и издания для дополнительного образования (кроме периодических) должны содержать следующую информацию:

имя автора (соавторов);

классификационные индексы (УДК и ББК);

Международный стандартный номер книги (ISBN);

знак охраны авторского права;

сведения об утверждении издания в качестве учебника или учебного пособия;

имена лиц, участвовавших в создании издания;

год выпуска издания приводят арабскими цифрами без слова «год» или сокращения «г.»;

дату подписания в печать;

формат бумаги и долю листа;

объем издания в условных печатных листах;

тираж;

номер заказа полиграфического предприятия;

юридическое имя издателя и его адрес;

юридическое имя полиграфического предприятия и его адрес.

Периодические издания для дополнительного образования должны содержать следующую информацию:

сведения о редакторах, редакционной коллегии;

знак охраны авторского права;

международный стандартный номер сериального издания (ISSN);

учредители или организации, ответственные за издание;

периодичность выпуска;

дату основания газеты;

дату выхода в свет;

нумерацию издания;

информацию о параллельных изданиях на других языках и приложениях;

номер свидетельства регистрации средства массовой информации;

наименование и адрес учредителя, организации, от имени которой выходит издание, или адрес редакции издания;

тираж;

сведения об объеме издания в печатных листах, приведенных к формату А2 (420 x 595 мм);

номер заказа полиграфического предприятия;

юридическое имя полиграфического предприятия и его адрес.

Глава V. Идентификация, отбор образцов и методы контроля полиграфической продукции

§ 1. Идентификация

45. Под идентификацией понимается установление тождественности

полиграфической продукции для письма и учебных изданий для образовательных учреждений, представленных в целях проведения оценки соответствия существенным признакам, включающим наименование, вид (назначение) продукции, и соответствия ее показателей безопасности требованиям, установленным настоящим Общим техническим регламентом.

46. Идентификацию продукции по признакам, включающим наименование, вид (назначение) продукции, и соответствия ее показателей безопасности требованиям настоящего Общего технического регламента, проводит: изготовитель (продавец), предоставляющий ее в обращение на территории Республики Узбекистан;

орган по сертификации в целях оценки и подтверждения соответствия продукции;

орган государственного контроля (надзора), в целях проверки соответствия продукции, находящейся в обращении на территории Республики Узбекистан требованиям настоящего Общего технического регламента.

47. Идентификации полиграфической продукции для письма и учебных изданий для образовательных учреждений проводится с использованием органолептического и инструментального способов:

при органолептическом способе идентификация проводится по наименованию и виду (назначению) продукции, а также ее тождественности и характерным признакам, свойственным определяемому виду продукции, в соответствии с настоящим Общим техническим регламентом;

при инструментальном способе идентификации испытания проводятся в соответствии с требованиями настоящего Общего технического регламента.

§ 2. Отбор образцов

48. Полиграфическую продукцию для образовательных учреждений предъявляют к приемке партиями. Партией считается количество продукции, оформленное одним документом о качестве и одновременно предъявленное к сдаче.

Для проверки показателей безопасности выборка единиц продукции должна производиться из разных частей контролируемой партии в количестве, предусмотренном в приложении № 16 к настоящему Общему техническому регламенту.

§ 3. Методы контроля

49. Оценка шрифтового оформления проводится на оригинал-макете, а прием текстового оформления на 10 характерных страницах полиграфической продукции.

50. Определение химической безопасности полиграфической продукции проводится методами, приведенными в приложении № 17 к настоящему Общему техническому регламенту.

51. Размеры продукции определяют измерительной линейкой. При измерении длины и ширины продукции линейку устанавливают так, чтобы ее нулевая отметка совпала с краем измеряемого продукта.

52. Гарнитуру шрифта, емкость знаков на квадрат текста определяют визуально, с последующим математическим подсчетом.

53. Удобочитаемость шрифта (высота, начертание) определяется микроскопом с линейкой с увеличением не менее 20 раз $\pm 2,5$, цена деления 0,001 — 0,05 мм.

54. Измерение отклонений между ближайшими линиями на разворотах определяют выборочно по одному измерению на пяти последовательных разворотах (начиная с первого) на каждой тетради, отобранной для контрольной проверки.

55. Измерение толщины линий, расстояний между линиями, размера клеток, угла наклона косой линии, ширины полей проводят выборочно, не менее чем в двух местах на двух страницах каждой продукции, отобранной для контрольной проверки.

56. Измерение толщины линий проводят оптической лупой, имеющей миллиметровую шкалу с ценой деления 0,1 мм или линейкой с оптическим визиром.

57. Измерение угла наклона косой линии проводят транспортиром.

58. Измерение расстояния между линиями, размера клеток, ширины полей, расстояние от скоб до верхнего и нижнего краев тетради проводят измерительной линейкой.

59. Определение плотности бумаги.

Для определения плотности бумаги сначала необходимо измерить массу и толщину бумаги.

Для измерения массы бумаги образцы из листов взвешивают по одному на лабораторных весах с наибольшей погрешностью взвешивания $\pm 0,05$ гр.

Затем пересчитывают на массу 1 м² (М) в граммах по следующей формуле:

$$M = \frac{20 * \sum m_1}{n}, \text{ где:}$$

20 — количество образцов размером 200 x 250 мм, содержащихся в 1 м² бумаги;

n — число образцов, взятых для испытания;

$\sum m_1$ — сумма масс взвешенных образцов бумаги, гр.

Допускается взвешивание на квадрантных весах с погрешностью не более:

$\pm 1,0$ гр на 1 м² — при массе бумаги площадью 1 м² более 100 гр.

Погрешность показаний квадрантных весов не должна превышать одного деления шкалы.

При определении массы 1 м² бумаги в бобинах отбирают не менее трех отрезков ленты, взятых из разных мест, каждый площадью не менее 0,05 м².

Массу 1 м² бобинной бумаги (М) в граммах подсчитывают по формуле:

$$M = \frac{\sum m}{\sum s}, \text{ где:}$$

$\sum m$ — сумма масс отрезков ленты, гр;

$\sum s$ — суммарная площадь отрезков, м².

Результаты определения массы 1 м² бумаги округляют до трехзначной цифры.

60. Определение толщины бумаги.

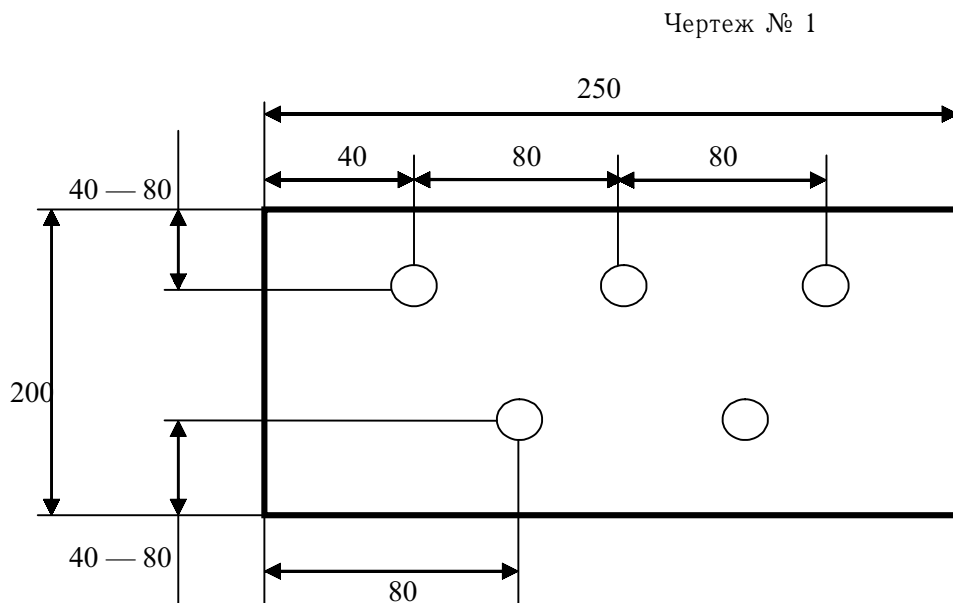
Метод основан на измерении толщины отдельных листов бумаги или толщины стопы, состоящей из нескольких листов тонкой бумаги.

Для проведения испытания применяют толщиномеры с ценой деления 0,001 и 0,01 мм, с площадью контакта измерительных поверхностей (200 ± 10) мм² и давлением на образец (100 ± 5) кПа (1,0 ± 0,05) кгс/см².

Измерительные поверхности должны быть плоскими и параллельными. Отклонение от параллельности должно быть не более 0,005 мм.

Толщиномеры должны использоваться в диапазоне от 10 до 90% значений шкалы.

Измерение ведут в пяти точках (в соответствии с обозначениями на чертеже № 1) на отдельных образцах бумаги.



На образцах бумаги размером 60 x 60 мм проводят по одному измерению на расстоянии не менее 20 мм от края образца. Для бумаги в бобинах шириной менее 250 мм проводят измерение в пяти точках по длине образца.

Образцы в стопе укладывают так, чтобы сеточная сторона каждого последующего образца соприкасалась с верхней стороной предыдущего.

Толщину отдельных листов бумаги (S) в мм или мкм вычисляют как среднее арифметическое всех определений.

Среднюю толщину листа в стопе ($S_{\text{ср}}$) в мм или мкм вычисляют по формуле:

$$S_{\text{ср}} = \frac{\Sigma S_1}{n_1 * x * n_2}, \text{ где:}$$

ΣS_1 — суммарная толщина стоп в местах измерений, в мм или мкм;

n_1 — количество листов в стопе;

x — количество измерений на стопе;

n_2 — количество испытанных стоп.

Результат округляют до 0,01 мм.

Плотность бумаги (γ) в $\text{гр}/\text{см}^3$ подсчитывают, исходя из толщины и массы 1 м^2 бумаги, определенных на одних и тех же образцах, по формуле:

$$\gamma = \frac{M}{S * 1000}; [\text{гр}/\text{см}^3], \text{ где:}$$

M — масса бумаги площадью 1 м^2 , гр;

S — толщина, мм.

60. Внешний вид, цвет и содержание продукции определяются внешним осмотром визуально.

Глава VI. Переходной период

61. С момента вступления в силу настоящего Общего технического регламента нормативные документы в области технического регулирования, действующие на территории Республики Узбекистан устанавливающие требования к видам полиграфической продукции для образовательных учреждений, указанным в пункте 1 настоящего Общего технического регламента, до приведения их в соответствие с настоящим Общим техническим регламентом применяются в части, не противоречащей настоящему Общему техническому регламенту.

62. До введения в действие настоящего Общего технического регламента в отношении полиграфической продукции для образовательных учреждений, подлежащих согласно законодательству обязательному подтверж-

дению соответствия, применяются правила, установленные Национальной системой сертификации Республики Узбекистан.

63. Гигиенические сертификаты и сертификаты соответствия, полученные на полиграфическую продукцию для образовательных учреждений до вступления в силу настоящего Общего технического регламента, продолжают действовать в течение срока, установленного в этих сертификатах.

Глава VII. Порядок проведения государственного контроля

64. Государственный контроль за соблюдением требований настоящего Общего технического регламента осуществляют Узбекское агентство стандартизации, метрологии и сертификации, Министерство здравоохранения Республики Узбекистан и их территориальные органы, а также иные специально уполномоченные государственные органы в пределах их компетенции.

Глава VIII. Утилизация отходов

65. Сбор и накопление промышленных отходов, макулатуры, их учет и инвентаризация должны проводиться во всех организациях, независимо от форм их собственности и ведомственной подчиненности.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 1
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ к химической безопасности полиграфической продукции

Наименование вредного вещества	В водной среде	В воздушной среде
	норматив, мг/дм ³ , не более	норматив, мг/м ³ , не более
Фенол	0,05	0,003
Формальдегид	0,1	0,003
Свинец	0,03	не определяется
Цинк	1,0	не определяется
Мышьяк	0,05	не определяется
Хром (III, IV)	суммарно 0,1	не определяется

ПРИЛОЖЕНИЕ № 2
к Общему техническому регламенту

ПАРАМЕТРЫ
полиграфической продукции для письма

Наименование		Белизна бумаги, %	Формат* (ширина и высота)	Плотность бумаги гр/м ²	Объем в листах	Непрозрачность, %	Крепление с обложкой
Тетради школьные	для 1-го класса	не менее 86	170 x 205 мм	не менее 80,0 ± 3,0	12, 18, 24	не менее 86	двумя проволочным и скобами
	для 2-го класса и выше	не менее 84		не менее 70,0 ± 3,0		не менее 84	
Дневники школьные рейтинговые		не менее 84	168 x 198, 170 x 205, 145 x 210, 160 x 198 мм	не менее 70,0 ± 3,0	40 и 48	не менее 84	брошюрное двумя скобами из проволоки
Тетради для рисования		не менее 93	—	112 ± 3,0	8 и 12	не менее 84	двумя проволочным и скобами
Альбом для рисования			—	112 ± 3,0	40 — 48	не менее 84	бесшвейное, заклежкой клееми
Раскраски		не менее 76	—	не менее 100	—	—	двумя проволочным и скобами
Тетради общие		не менее 80	—	не менее 60,0 ± 5,0	24, 36, 48, 96	не менее 84	скрепления листов в блок

* Предельные отклонения по размерам не должны быть более ± 2 мм.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 3
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к линовкам и размерам полей школьных тетрадей

Наименование показателя	Норма для видов				Предельные отклонения
	1	2	3	4	
Количество станов или строк на странице	23	26	14	14	—
Высота станов, мм	—	—	5,0	5,0	± 0,1
Расстояние между станами или строками, мм	8,0	7,0	8,0	8,0	± 0,1 (в сумме не более 2,0 мм на страницу)
Угол наклона косой линии, градус	—	—	—	75°	± 2°
Расстояние между наклонными линиями (по линии), мм	—	—	—	27,0	± 0,2

Наименование показателя	Норма для видов				Предельные отклонения
	1	2	3	4	
Верхнее поле, мм	16,0	16,0	13,0	13,0	± 3,0
Нижнее поле, мм	13,0	14,0	12,0	12,0	± 6,0
Боковое поле, мм	20,0	20,0	20,0	20,0	± 3,0

ПРИЛОЖЕНИЕ № 4
к Общему техническому регламенту

ПАРАМЕТРЫ
учебных изданий для образовательных учреждений

Наименование		Белизна бумаги, %	Формат*	Плотность бумаги гр/м ²	Непрозрачность, %	Крепление с обложкой
Учебная литература	Дошкольное	не менее 84	—	не менее 70,0 ± 3,0	86 — 91	1. Блоки сшиваются потетрадно капроновыми (или армированными) нитками для дальнейшего крепления с обложкой. 2. Крепление двумя проволочными скобами
	1 класс	не менее 88	70 x 108 ^{1/16} 70 x 100 ^{1/16}	не менее 80,0 ± 3,0	не менее 88	
	2 — 4 классы	не менее 84	70 x 90 ^{1/16} 60/62 x 90 ^{1/16} 60/62 x 90 ^{1/8}	не менее 70,0 ± 3,0	86 — 91	
	5 — 9 классы	не менее 80	84 x 108 ^{1/32} 70 x 100 ^{1/16} 70 x 90 ^{1/16} 60/62 x 90 ^{1/16} 60/62 x 84 ^{1/16}	не менее 70,0 ± 3,0	86 — 91	
	ССПО	не менее 74	84 x 108 ^{1/32} 84 x 108 ^{1/16} 70 x 108 ^{1/16} 70 x 100 ^{1/16} 70 x 90 ^{1/16} 60/62 x 90 ^{1/16} 60/62 x 90 ^{1/8} 60/62 x 88 ^{1/16} 60/62 x 84 ^{1/16}	не менее 70,0 ± 3,0	не менее 86	

* Предельные отклонения по размерам не должны быть более ± 3 мм.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 5
к Общему техническому регламенту

РАЗМЕРЫ
шрифта текста в полиграфической продукции

Кегль шрифта	Высота прописной буквы (мм)
5	1,3
6	1,55
7	1,85
8	2,10
9	2,35
10	2,64
11	2,9
12	3,10
14	3,65
16	4,15
18	4,75
20	5,0

ПРИЛОЖЕНИЕ № 6
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению учебных изданий

Классы	Кегль	Увеличение интерлиньяжа, пункты, не менее	Длина строки				Емкость зн/кв, не более
			минимальная		максимальная		
			квадраты	мм	квадраты	мм	
Первый	18	3	6 1/2	117	9 1/4	167	6,0
Второй	16/14*	3	6 1/2	117	9 1/4	167	6,0 (6,3)**
Третий	14/12*	3	6	108	8 1/2	153	6,7 (7,2)**
Четвертый	14/12*	2	4 1/2	81	7 3/4	140	7,7 (8,0)**

* Допускается для дополнительного текста объемом не более 200 знаков.

** В скобках указана емкость шрифта для изданий, выпускаемых с латинской графикой.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 7
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению учебных изданий
по гуманитарным дисциплинам

Функциональное назначение	Класс	Кегль не менее	Увеличение интерлиньяжа, пункты, не менее	Длина строки				Емкость зп/кв, не более
				минимальная		максимальная		
				квадраты	мм	квадраты	мм	
Учебники и учебные пособия	5-6	12	3	3 1/2	63	8 1/2	153	8,0(8,8)
		11*	2	3 1/2	63	8 1/2	153	9,2
		10**	2	3	54	—	—	—
	7 — 9	11	2	4	72	8 1/2	153	9,5(10,0)
		9**	2	2 3/4	50	—	—	—
Хрестоматии	5-6	12	3	4 1/2	81	7 1/4	131	8,0(9,2)
		6	11	3	4 1/2	81	7 1/4	131
	5-6	10**	2	3	54	—	—	—
	7 — 9	11	2	4 1/2	81	8	144	9,8(10,0)
		10	2	4 1/2	81	6 3/4	122	10,7
9**	2	2 3/4	50	—	—	—		
Практикумы	5-6	11	3	3 1/2	63	—	—	9,2(9,5)
		10**	2	3	54	—	—	—
Практикумы	7 — 9	11	2	3	54	—	—	9,8(10,0)
		10*	2	3	54	—	—	10,5
		9**	2	3	54	—	—	—
Учебники и учебные пособия	ССПО	11	2	4 1/2	81	8	120	10,2
		9**	2	3	54	6 3/4	129	9,5
Практикумы	ССПО	11	2	3	54	6 3/4	129	10,5
		10*	2	4	72	6 3/4	120	11,0
		9**	2	3	54	6 3/4	129	—

* Допускается только в изданиях по языковедению.

** Допускается только для дополнительного текста объемом на странице не более 1000 знаков для изданий для 5-6-го классов, 1500 знаков — для изданий для 7 — 9-го классов, 2000 знаков — для ССПО.

В скобках указана емкость шрифта для изданий, выпускаемых с латинской графикой.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 8
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению учебных изданий по формальным
(математическим) дисциплинам

Классы	Кегль, не менее	Увеличение интерлиньяжа, пункты, не менее	Минимальная длина строки		Максимальная длина строки
			квадраты	мм	
1	16 14*	2	5	90	—
2-3	14	2	5	90	—
4	12	2	5	90	—
5-6	12 11**	2	2 3/4	50	—
	10***	2	2 3/4	50	—
7—9	11 10*	2	2 3/4	50	—
	10***	2	2 3/4	50	—

* Допускается в изданиях для 1-го класса, выпускаемых с использованием кириллицы.

** Допускается в изданиях для 6-го класса, выпускаемых с использованием кириллицы.

*** Допускается только для дополнительного текста.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 9
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению учебных изданий по формальным
(математическим) дисциплинам для ССПО

Функциональное назначение	Кегль, не менее	Увеличение интерлиньяжа, пункты, не менее	Минимальная длина строки		Макси- мальная длина строки	Емкость зн/кв, не более
			квадраты	мм		
Учебники и учебные пособия	11	2	3	50	—	10,2
	10*	2	2 3/4	50	—	9,8
Практикумы	11	2	2 3/4	50	—	10,2
	10**	—	2 3/4	50	—	
	9*	2	2 3/4	50	—	

* Допускается только для дополнительного текста не более 1500 знаков.

** Для изданий, выпускаемых с использованием кириллицы.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 10
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению учебных изданий
по естественным дисциплинам

Классы	Кегль, не менее	Увеличение интерлиньяжа, пункты, не менее	Длина строки				Емкость зн/кв, не более
			минимальная		максимальная		
			квадраты	мм	квадраты	мм	
5-6	12	2	2 3/4	50	8 1/2	153	9,0(9,8)**
	10*	2	2 3/4	50	—		—
7 — 9	11	2	2 3/4	50	8 1/2	153	9,6
	9*	2	2 3/4	50	—		—

* Допускается для дополнительного текста, таблиц, подписей к иллюстрациям объемом на странице не более 1000 знаков в изданиях для 5-6-го классов, не более 1500 знаков для 7 — 9-го классов.

** В скобках указана емкость шрифта для изданий, выпускаемых с латинской графикой.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 11
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению учебных изданий
по специальным дисциплинам для ССПО

Учебные дисциплины	Редакция	Функциональное назначение	Кегль, не менее	Увеличение интерлиньяжа, пункты, не менее	Длина строки				Емкость зн/кв, не более
					минимальная		максимальная		
					квадраты	мм	квадраты	мм	
Гуманитарные (педагогика, правоведение, психология, эстетика, физическая культура, экономика и т. п.)	**	Учебник	11	2	4	72	6 3/4	129	9,7
		Уч. пособия	10	2	4	72	6	108	9,5
			9***	2	3	54	6 3/4	129	10,2
		Практикумы	10	2	3	54	6 3/4	129	10,2
	9***		2	3	54	6 3/4	129	—	
	*	Учебник и уч. пособия	11	2	4	72	6 3/4	129	10,3
			11	2	4	72	6	108	10,5
		Практикумы	9***	2	3	54	6 3/4	129	10,0
			10	2	3	54	6 3/4	129	10,2
	Естественные (механика, радиоэлектроника, металлургия, медицина, сельское хозяйство и т. п.)	**	Учебники и уч. пособия	10	2	3	54	6 3/4	129
9***				2	3	54	6 3/4	129	—
*		Учебники и уч. пособия	11	2	3	54	6 3/4	129	10,5
			9***	2	3	54	6 3/4	129	—

Учебные дисциплины	Редакция	Функциональное назначение	Кегль, не менее	Увеличение интерлиньяжа, пункты, не менее	Длина строки				Емкость зн/кв, не более
					минимальная		максимальная		
					квдраты	мм	квдраты	мм	
Формальные (математические информатика логика и т. п.)	**	Учебник	10	2	2 3/4	50	—	—	
	*	Уч. пособия	11	2	2 3/4	50	—	—	
	* и **		10	2	2 3/4	50	—	—	
	*	практикум	9***	2	2 3/4	50	—	—	

* Для изданий, выпускаемых с использованием латинской графики.

** Для изданий, выпускаемых с использованием кириллицы.

*** Допускается только для дополнительного текста объемом на странице не более 2000 знаков.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 12
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению в изданиях для первой
возрастной группы

Кегль шрифта	Увеличение интерлиньяжа (пунктов, не менее)	Минимальная длина строки (мм)	Емкость зн/кв, не более	Характеристика шрифта (начертание)
20 и более	4 — 6	117	5,0	рубленные, новые малоконтрастные
16 и 18	4 — 6	117	6,0 (6,3)*	
14	4 — 6	108	6,5 (6,8)*	рубленные
12**	2	90	—	

* В скобках указана емкость шрифта для изданий, выпускаемых с латинской графикой.

** Для текста объемом 200 знаков и менее на странице.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 13
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению в изданиях для второй
возрастной группы

Категория	Кегль шрифта, не менее	Длина строки		Объем текста единовременного прочтения (количество знаков)	Характеристика шрифта	
		минимальная			емкость, знаков/квadrat, не более	
		квадраты	мм			
I	20 и более	5	90	более 600	5,2 (5,7)	Рубленное начертание и новые малокоонтрастные
	16,18	4 ^{1/2}	81	более 600	6,4 (7,0)	
	14	4 ^{1/2}	81	более 600	7,2 (7,9)	
	12	4 ^{1/2}	81	не более 600	7,7 (8,5)	
	11**	2 ^{1/4}	41	не более 200	—	
	10*	2 ^{1/4}	41	—	—	
II	14	4 ^{1/2}	81	более 600	—	
	12	4 ^{1/2}	81	более 600	—	
	11	2 ^{1/4}	41	до 600	—	
	12***	2 ^{1/4}	41	не более 200	—	
	10	—	—	не более 200	—	

В скобках указана емкость шрифта для изданий, выпускаемых с использованием шрифтов латинской графической основы.

* Только для дополнительного текста выпускаемых с использованием шрифтов кириллической графической основы изданий.

** Только для дополнительного текста выпускаемых с использованием шрифтов латинской графической основы изданий.

*** При использовании выворотки шрифта с оптической плотностью фона не менее 0,5 и печати текста цветными красками.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 14
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению в изданиях для третьей
возрастной группы

Категория	Кегль шрифта	Длина строки		Объем текста единовременного прочтения (количество знаков)	Характеристика шрифта емкость, знаков/квадрат, не более
		минимальная			
		квадраты	мм		
I	12	4	72		—
	10	4	72		9,5 (10,5)
	9*	2 ¹ / ₄	41	не более 1500	—
	10**	2 ¹ / ₄	41	не более 1500	9,5 (10,5)
II	10	4 ¹ / ₂	81	более 1500	—
	10***	4 ¹ / ₂	81	не более 600	—
	9(10**)	2 ¹ / ₄	41	от 1000 до 1500	—
	10**	2 ¹ / ₄	41	до 1000	—
	8(9**)		—	не более 600	—

В скобках указана емкость шрифта для изданий, выпускаемых с использованием шрифтов латинской графической основы.

* Только для дополнительного шрифта и выделений текста с кириллической графической основой.

** Только для дополнительного шрифта и выделений текста с латинской графической основой.

*** Для выворотки шрифта при оптической плотности фона не менее 0,5 и печати текста цветными красками.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 15
к Общему техническому регламенту

ТРЕБОВАНИЯ
к текстовому оформлению в изданиях для четвертой
возрастной группы

Категория	Кегль шрифта, пункты, не менее	Длина строки		Объем текста единовременного прочтения (количество знаков)	Емкость, знаков/ квадрат, не более
		минимальная			
		квадраты	мм		
I	11(12**)	4	72	Более 2000	—
	10(11**)	4	63	Более 200	9,5 (10,5**)

Категория	Кегль шрифта, пункты, не менее	Длина строки		Объем текста одновременного прочтения (количество знаков)	Емкость, знаков/квadrat, не более
		минимальная			
		квадраты	мм		
II	9(10)	2 ¹ / ₄	41	Не более 200	10(10,5**)
	10(11)	4	72	Более 1500	—
	10	2 ¹ / ₄	41	Не более 1500	—
	8(9**)	2 ¹ / ₄	41	не более 100	—
	8(9**)			Не более 600	—

* Только для дополнительного текста объемом.

** В скобках указаны параметры для изданий выпускаемых с использованием шрифтов латинской графической основы.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 16
к Общему техническому регламенту

НОРМА
отбора проб для приемки полиграфической продукции
для образовательных учреждений

Объем партии	Объем выборки		Число дефектных единиц продукции			
	для внешнего осмотра	для испытаний	приемочное число		браковочное число	
			по внешнему виду	по результатам испытаний	по внешнему виду	по результатам испытаний
1 — 150	15	3	3	1	3	2
151 — 280	32	5	3	1	6	2
281 — 500	50	8	4	1	8	2
501 — 1200	80	10	5	1	9	2
1201 — 3200	125	12	6	2	11	3
3201 — 10000	200	15	7	2	11	3
10001 — 35000	315	20	9	3	15	4
35001 и более	500	30	11	4	22	5

Для проведения испытаний должны выбираться изделия, прошедшие контроль по внешнему виду.

Не допускается проведение испытаний на образцах, не прошедших испытания.

Партия полиграфической продукции считается соответствующей требованиям настоящего Общего технического регламента, если число дефектных единиц продукции в выборке меньше или равно приемочному числу.

Партия полиграфической продукции считается не соответствующей требованиям настоящего Общего технического регламента, если число дефектных единиц продукции в выборке больше или равно браковочному числу.

ПРИЛОЖЕНИЕ № 17
к Общему техническому регламенту**1. Методы определения токсических элементов в модельных средах для полиграфической продукции**

1.1. Качественное определение фенола.

Реакция основана на взаимодействии водного раствора фенола с бромом с образованием кристаллического осадка трибромфенола в форме игл или пучков из игл.

При наличии незначительного количества фенола и при избытке бромной воды выпадает трибромфенол в смеси с бромистым трибромфенолом (под микроскопом иглы и чешуйчатые пластинки).

Чувствительность — уже при концентрации 1:50000, при длительном стоянии выделяется микрокристаллический осадок.

Реактивы:

бромная вода, насыщенный раствор;

винная или щавелевая кислота;

эфир серный;

натрий углекислый, насыщенный раствор.

Ход определения. 100 мл вытяжки помещают в круглодонную колбу прибора емкостью 500 мл, снабженную пришлифованной пробкой с двумя Г-образными трубками, конец одной из которых доходит почти до дна колбы, другой заканчивается почти под пробкой (конец ее в колбе имеет длину 3 — 5 см). Первая трубка служит для соединения с парообразователем встык, чтобы пар не соприкасался с каучуком (это должно соблюдаться при всех соединениях стеклянных трубок с помощью каучука). Вторая трубка соединяет колбу с шариковым холодильником, поставленным вертикально. Соединение это осуществляется также при помощи пришлифованной к холодильнику пробки, имеющейся на конце трубки. Нижний конец холодильника опускается в приемник — небольшую эрленмейеровскую колбу, содержащую несколько миллилитров дистиллированной воды, соединенную при помощи пробки и Г-образной стеклянной трубки с другой такой же колбой.

Парообразователем может служить большая стеклянная колба емкостью 1500 — 2000 мл, приспособленная соответствующим образом для получения пара и снабженная стеклянной трубкой для уравнивания давления.

Когда все части прибора для перегонки с водяным паром подготовлены и соединены (кроме парообразователя), а парообразователь нагрет, колба с объектом исследования помещена в холодную водяную баню, содержимое колбы быстро подкисляют виннокаменной или щавелевой кислотой, после чего колбу быстро соединяют с парообразователем и начинают нагревать водяную баню под колбой с объектом исследования и парообразователь. Перегонка должна проводиться по возможности медленно. Отгоняют 100 мл дистиллята.

Полученный дистиллят подщелачивают раствором углекислого натрия,

переводят в делительную воронку и производят извлечение эфиром. Для этого к раствору прибавляют 10 — 15 мл эфира, воронку перевертывают 40 — 50 раз, избегая сильного взбалтывания, чтобы не образовалась стойкая эмульсия. Извлечение производят 3 раза. Соединенные эфирные вытяжки фильтруют через сухой складчатый фильтр и испаряют в фарфоровой чашечке при комнатной температуре в вытяжном шкафу (огнеопасно!). Остаток после испарения эфира растворяют в 2-3 каплях воды и проводят с ними микрореакцию с бромной водой. Каплю раствора из чашечки переносят на предметное стекло, а затем к ней добавляют каплю бромной воды. При наличии фенола выпадает желтовато-белый осадок; при незначительных количествах фенола осадок выпадает при стоянии через некоторое время (приблизительно 10 — 15 минут). При рассмотрении под микроскопом видны мелкие иглы, часто группирующиеся в пучки и звездчатые скопления, возможно выпадение вместе с иглами и чешуйчатых пластинок.

При микроскопическом исследовании сравнивают: полученные кристаллы с препаратом, приготовленным из разведенного раствора фенола.

Если необходимо, определяют фенол количественно.

1.2. По Архангелову.

Метод основан на образовании нитрофенолов при действии азотной кислоты на водные растворы фенола.

При действии на фенол очень разбавленной азотной кислоты получается смесь орто- и паранитрофенолов. Менее разбавленная кислота дает динитрофенол и тринитрофенолпикриновую кислоту — $C_6H_2NO_2)3OH$.

Чувствительность — 1 мг/л.

Реактивы:

азотная кислота, концентрированная;

калий едкий, 50% — раствор.

Ход определения. В стаканчик помещают 10 мл дистиллята, прибавляют 10 капель концентрированной азотной кислоты и жидкость доводят до кипения. По охлаждении подщелачивают до щелочной реакции раствором КОН, беря приблизительно на 10 мл жидкости 1 мл 50% — раствора КОН. При наличии фенола раствор окрашивается в желтый цвет.

Жидкость из стаканчика переливают в центрифужную пробирку, в которой и производят определение по таблице № 1.

Таблица № 1.

Окрашивание при рассмотрении сбоку	Окрашивание при рассмотрении сверху вниз	Окрашивание при рассмотрении сверху вниз под углом 45°	Содержание фенола в мл в 10 мл жидкости
Нет	Нет	Едва заметное	0,01
-«-	Едва заметное	Очень слабо выраженное	0,02
-«-	слабо выраженное	Слабо выраженное	0,03
-«-	Слабо выраженное	Ясно выраженное, бледно желтое	0,04

Окрашивание при рассмотрении сбоку	Окрашивание при рассмотрении сверху вниз	Окрашивание при рассмотрении сверху вниз под углом 45°	Содержание фенола в мл в 10 мл жидкости
Едва заметное	Ясно выраженное, бледно-желтое	Желтоватое	0,05
Слабо выраженное	Бледно-желтое	Слабо-желтое	0,06
Бледно-желтое	Желтоватое	Желтое	0,07

1.3. Определение фенола по реакции с 4-аминоантипирином.

Метод позволяет определять суммарное содержание фенолов в вытяжках. Фенолы определяются по реакции с 2-аминоантипирином в щелочной среде в присутствии феррицианида калия, являющегося окислителем. При этом образуется соединение типа индофенола, окрашенное в интенсивный красный цвет. Чувствительность метода 0,5 мкг в 5 мл вытяжки, или 0,1 мг/л.

Реактивы.

4-аминоантипирин, 2% — водный раствор.

феррицианид калия, 8% — водный раствор.

Буферный раствор: 20 гр хлорида аммония растворяют в 100 мл концентрированного раствора аммиака, рН этого раствора 9,8.

Натр едкий, 10% — водный раствор.

Серная кислота, разбавленный раствор (1:3 по объему).

Стандартный раствор фенола. В мерную колбу емкостью 50 мл наливают 10 — 15 мл дистиллированной воды, взвешивают на аналитических весах, затем помещают кристаллик свежеперегнанного фенола, взвешивают вторично и объем доводят водой до метки. Рассчитывают содержание фенола в 1 мл раствора. Из полученного основного раствора соответствующим разбавлением готовят непосредственно перед его использованием раствор, содержащий 5 мкг/мл (5 мг/л) фенола.

Ход определения. 20 мл вытяжки нейтрализуют по индикаторным бумажкам растворами едкого натра или серной кислоты и доводят дистиллированной водой до объема 25 мл в мерной колбе. Из этого раствора отбирают пипеткой 5 мл и переносят в пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (таблица № 2). В пробирки шкалы и исследуемой вытяжки добавляют по 0,5 мл буферного раствора и по 0,2 мл растворов феррицианида калия и 4-аминоантипирина; тщательно перемешивают после добавления каждого реактива и сравнивают полученную окраску со стандартной шкалой или определяют оптическую плотность на фотоколориметре с синим или зеленым светофильтром (лямбда макс — 500 мкм) в кювете с толщиной слоя 10 мм. Эталонем служит раствор, полученный в холостом опыте с 5 мл дистиллированной воды, к которой прибавляют все реактивы, введенные в исследуемую вытяжку.

Таблица № 2.

Стандартная шкала для определения фенолов								
Реактивы	Номера стандартов							
Стандартный раствор фенола, мл	0	0,25	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5	1,75
Дистиллированная вода, мл	5,0	4,75	4,5	4,25	4,0	3,75	3,5	3,25
Буферный раствор	Во все пробирки по 0,5 мл							
Раствор феррицианида калия	Во все пробирки по 0,2 мл							
Раствор 4-аминоантипирина	Во все пробирки по 0,2 мл							
Содержание фенолов, в мкг, в пробе	1,25	2,5	3,75	5,0	6,25	7,5	8,75	

Для количественного определения зависимости оптических плотностей растворов шкалы стандартов (таблица № 2) от концентрации фенола в растворе строят градуировочный график: на оси абсцисс откладывают содержание фенола в мкг, на оси ординат — оптическую плотность.

Содержание фенола в мг/л (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a * 25 * 1000}{5 * 20 * 1000} = a * 0,25, \text{ где:}$$

a — количество фенолов, найденное по калибровочному графику или по стандартной шкале в 5 мл пробы, в мкг.

1.4. Определение фенола по реакции с диазотированным п-нитроанилином.

Метод позволяет определить суммарное содержание фенолов в вытяжках. При взаимодействии фенолов с диазотированным п-нитроанилином в щелочной среде появляется окраска от желто-зеленого цвета при низких концентрациях до красно-коричневого при высоких концентрациях. Чувствительность метода 0,5 мкг в 5 мл вытяжки, или 0,1 мг/л.

Реактивы:

натрий углекислый, 4% — водный раствор;

соляная кислота (уд. вес 1,16);

п-нитроанилин, чистый;

нитрит натрия, свежеприготовленный 2% — водный раствор;

натр едкий, 10% — водный раствор;

серная кислота, разбавленная (1:3 по объему).

Ход определения. 20 мл вытяжки нейтрализуют по индикаторным бумажкам растворами едкого натра или серной кислоты и доводят дистиллированной водой до объема 25 мл в мерной колбе. Из этого раствора отбирают пипеткой 5 мл и переносят в пробирку. Одновременно готовят шкалу стандартов (таблица № 3).

Таблица № 3.

Стандартная шкала для определения фенола									
Реактивы	Номера стандартов								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор фенола, мл	0	0,25	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5	1,75	2,0
Дистиллированная вода, мл	5,0	4,75	4,5	4,25	4,0	3,75	3,5	3,25	3,0
Раствор углекислого натрия	Во все пробирки по 1,0 мл								
Дiazотированный П-нитроанилин	Во все пробирки по 2,0 мл								
Содержание фенола, в мкг, в пробе	0	1,25	2,5	3,75	5,0	6,25	7,5	8,75	10

В пробирки шкалы и исследуемой вытяжки добавляют по 1 мл раствора углекислого натрия и по 0,2 мл раствора diazотированного п-нитроанилина. Тщательно перемешивают и через 5 минут сравнивают интенсивность полученной окраски со стандартной шкалой или определяют оптическую плотность на фотоколориметре с синим светофильтром (лямбда макс = 470 мкм) в кювете с толщиной слоя 10 мм. Эталонном служит раствор, полученный в холостом опыте с 5 мл дистиллированной воды, к которой прибавляют все реактивы, введенные в исследуемую вытяжку.

Для количественного определения зависимости оптической плотности растворов шкалы стандартов (таблица № 3) от концентрации фенола строят градуировочный график: на оси абсцисс откладывают содержание фенола в мкг, на оси ординат — оптическую плотность.

Содержание фенола в мг/л (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a * 25 * 1000}{5 * 20 * 1000} = a * 0,25, \text{ где:}$$

a — количество фенолов, найденное по калибровочному графику или по стандартной шкале в 5 мл пробы, в мкг.

2. Колориметрический метод определения формальдегида в водных вытяжках

2.1. Сущность метода заключается в способности солянокислого фенолгидразина образовывать с формальдегидом в присутствии окислителя окрашенный продукт.

Чувствительность метода — 0,1 мг/дм³.

Относительная погрешность определения — 10%.

2.2. Реактивы, посуда и приборы.

Формалин марки ФБМ.

Раствор формалина 1%, готовят в дистиллированной воде (раствор А). Количество формальдегида в нем определяют титриметрически: в колбу вместимостью 200 см³ вводят 3 см³ 1% раствора формалина и приливают 10 см³ воды из бюретки 10 см³ раствора йода. Затем по каплям добавляют гидроокиси натрия до получения светло-желтого окрашивания. Оставляют на 10 мин. в темноте, после чего отторговывают раствором тиосульфата натрия с крахмалом (1 см³ 0,5 %-ного раствора) в качестве индикатора. В таких же условиях отторговывают и контрольный раствор. Разность между объемами раствора тиосульфата натрия, пошедшего на контрольное титрование и титрование формалина, позволяет вычислить количество йода, пошедшего на окисление формальдегида.

Концентрацию формальдегида (C_7) в разбавленном растворе формалина (раствор А) мг/см³, вычисляют по формуле:

$$C_7 = (V_1 - V) \times 1,5, \text{ где:}$$

V — объем точно 0,1 Н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование испытуемого раствора см³;

V_1 — объем точно 0,1 Н. раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

1,5 — количество формальдегида, эквивалентное 1 см³ точно 0,1Н раствора тиосульфата натрия, мг.

Рабочие растворы формальдегида в воде концентраций 0,01 мг/см³ и 0,001 мг/см³ (растворы B_1 и B_2) готовят соответствующим разбавлением основного раствора.

Пример.

Концентрация формальдегида в растворе А равна 0,4 мг/см³. Для приготовления 500 см³ раствора концентрации 0,1 мг/см³ (раствор Б) следует

взять $\frac{50 \cdot 1}{0,4} = 125$ см³ оттитрованного раствора А.

Из полученного раствора Б готовят перед испытанием рабочие растворы B_1 и B_2 . Для этого 10 и 1 см³ раствора Б разводят водой до 100 см³ в мерных колбах.

Йод 0,1 моль/дм³, раствор.

Натрия гидроокись, раствор с массовой долей 10%.

Кислота соляная 3118,3 моль/дм³, раствор.

Натрий серноватисто кислый (тиосульфат натрия) 75 0,1Н., раствор.

Крахмал растворимый, раствор с массовой долей 0,5%

Кислота серная плотность 1,84 гр/см³.

Вода дистиллированная.

Пробирки высотой 150 мм.

Колбы конические вместимостью 200 — 250 см³.

Колба мерная вместимостью 100 см³.

Бюретка вместимостью 50 см³.

Пипетки вместимостью 0,1; 1 и 5 см³.

Цилиндр вместимостью 100 см³.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56 или другого типа.

Спирт изопропиловый х. ч.

Фенилгидразин солянокислый по нормативному документу, раствор с массовой долей 5%, свежеприготовленный, отфильтрованный.

Калий железосинеродистый, раствор с массовой долей 1% (устойчив в течение недели).

2.3. Проведение испытания.

В пробирку отбирают 3 см³ водной вытяжки (пробирка пробы). Одновременно готовят шкалу, при этом масса формальдегида в пробирках со стандартными растворами должна быть 0; 0,0003; 0,0005; 0,0007; 0,001; 0,002 и 0,005 мг (пробирки шкалы). Объем в пробирках шкалы доводят дистиллированной водой до 3 см³.

В пробирки шкалы и проб приливают по 0,1 см³ концентрированной серной кислоты, по 2 см³ изопропилового спирта и по 0,2 см³ раствора солянокислого фенилгидразина. Содержимое пробирок после прибавления каждого реактива взбалтывают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют 0,3 см³ раствора калия железосинеродистого, взбалтывают и снова оставляют на 15 мин. Добавляют 1 см³ раствора гидроксида натрия, встряхивают и через 10 мин. фотометрируют в кювете с толщиной слоя раствора 1 см при длине волны 520 нм. Оптическую плотность контрольных ($D_{к1}$) и рабочих ($D_{р1}$) проб измеряют по отношению к свежей дистиллированной воде.

Расхождение между значениями оптической плотности двух параллельных контрольных дистиллятов не должно превышать 0,01. Путем вычитания из среднего значения показателя оптической плотности рабочих проб значения аналогичного показателя контрольных определяют истинное значение оптической плотности по формуле:

$$(D_1) : D_1 = D_{р1} - D_{к1}, \text{ где:}$$

$D_{р1}$ — среднее значение показателя оптической плотности рабочих проб;

$D_{к1}$ — среднее значение показателя оптической плотности контрольных проб.

Для построения градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс — концентрацию формальдегида в пересчете на 1 дм³ вытяжки.

2.4. Колориметрический метод определения формальдегида в воздухе.

2.4.1. Сущность метода.

Сущность метода заключается в способности солянокислого фенилгидразина в кислой среде образовывать окрашенные соединения. Чувствительность метода — 0,3 мг/м³.

Относительная погрешность определения 20%.

2.4.2. Реактивы, посуда и приборы:

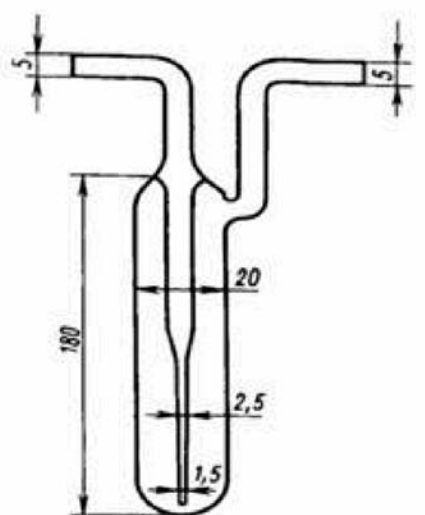
Кислота серная плотностью 1,84 гр/см³ и разбавленный раствор 1:3.

Склянки с тубусом вместимостью 5 дм³.

Приборы поглотительные (чертеж № 1).

Остальные реактивы, посуда и приборы по пункту 2.2.

Чертеж № 1.



2.4.3. Проведение испытания.

Исследуемый воздух (пятикратный объем) вытесняют из эксикатора воздуходувкой со скоростью 0,3 дм³/мин в два поглотительных прибора, содержащих по 5 см³ воды. При применении поглотительных приборов с пористой стеклянной пластинкой скорость отбора воздуха может быть увеличена до 1 дм³/мин. В пробирку вносят 3 см³ испытуемого раствора. Дальнейшее определение проводят по пункту 2.3.

Оптическую плотность измеряют так же, как описано в пункте 2.3.

Для построения градуировочного графика по оси ординат откладывают значение оптической плотности, а по оси абсцисс — массу формальдегида в пробе в миллиграммах.

2.5. Обработка результатов концентрации формальдегида в воздухе (C_8), мг/м³. вычисляют по формуле:

$$C_8 = \frac{V * m * 100}{V_1 * V_0}, \text{ где:}$$

V — общий объем испытуемого раствора, см³;

m — масса формальдегида, найденная в испытуемом объеме, мг;

V_1 — объем раствора, взятый для испытания, см³;

V_0 — объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, вычисленный по формуле:

$$V_0 = \frac{V_t * 273 p}{(273 + t) * 760}, \text{ где:}$$

V_t — объем испытуемого в воздухе, дм³;

t — температура воздуха во время отбора проб, С°;

p — атмосферное давление Па (мм рт. ст.).

3. Метод определения содержания свинца в полиграфической продукции

Метод отбора проб и подготовки их к испытанию должен быть указан в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

3.1. Аппаратура, материалы и подготовка проб.

Полярграф марки ПУ-1 или других марок, обеспечивающих возможность работы в режиме переменного тока.

Баня водяная.

Электроплитка бытовая или других марок.

Баллон стальной.

Редуктор для газопламенной обработки с кислородным манометром.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 гр 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 1 кг 3-го класса точности.

Шкаф лабораторный сушильный.

Линейка чертежная мерительная.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2 и 2-1000-2.

Колбы конические Кн-2-10-18, Кн-2-25-18, Кн-2-250-34 и Кн-2-200-34

Пробирки мерные П-2-10 и П-2-15.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Воронки делительные ВД-3-250-29/32 ХС и ВД-3-500-29/32 ХС.

Цилиндры 1-10 или 2-10, 1-25 или 3-25, 1-50 или 3-50, 1-100 или 3-100.

Чашка выпарительная фарфоровая № 4 или 5.

Эксикатор.

Ареометры без шара А1-1, набор с пределом измерений от 700 до 1840 кг/м³.

Фильтры обеззоленные диаметром 5,5 см, «синяя» и «белая лента».

Банки фторопластовые или полиэтиленовые вместимостью 1 дм³.

Холодильник обратный ХШ-500-29/32.

Вода бидистиллированная.

Вода дистиллированная.

Хлороформ.

Дитизон ч. д. а., растворы в хлороформе концентраций 0,01; 0,30; 0,20 и 1,00 гр/дм³.

Тимоловый синий, ч. д. а., раствор, приготовленный.

Калия гидроокись, ч. д. а., гранулированная и раствор концентрации 600 гр/дм³.

Кальций хлористый 2-водный ч., прокаленный.

Кислота азотная особой чистоты или кислота азотная х. ч., плотностью 1,40 гр/см³ и разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и (1:2).

Кислота лимонная, ос. ч., или кислота лимонная х. ч.

Кислота ортофосфорная, х. ч., плотностью 1,72 гр/см³, разбавленная бидистиллированной водой (1:3).

Кислота соляная особой чистоты или кислота соляная, х. ч., плотностью 1,19 гр/см³, разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и раствор концентрации с (HCl) = 0,2 моль/дм³.

Кислота хлорная, х. ч., плотностью 1,50 гр/см³, раствор с массовой долей 57%, или ч. д. а., плотностью 1,32 гр/см³, раствор с массовой долей 42%; раствор, разбавленный бидистиллированной водой при использовании кислоты квалификации х. ч. (10:9) или ч. д. а. (10:4).

Натрия гидроокись ч. д. а., гранулированная, растворы концентрации с (NaOH) = 0,02 моль/дм³ и массовой концентрации 100 и 500 гр/дм³.

Пирогаллол А, ч. д. а., раствор концентрации 250 гр/дм³.

Азот газообразный, ос. ч. или «О», или другой инертный газ с массовой долей кислорода не более 0,001%.

Аммиак водный особой чистоты или аммиак водный, ч. д. а., очищенный методом изотермической перегонки.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный ч. д. а., или аммоний лимоннокислый ч. д. а., раствор концентрации 200 гр/дм³.

Ртуть Р0 или Р1.

Свинец азотнокислый х. ч.

Универсальная индикаторная бумага.

Аммоний хлористый х. ч., предварительно очищенный, раствор концентрации 250 гр/дм³.

Аммоний надсернокислый х. ч.

Магний хлористый шестиводный х. ч.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х. ч.

Натрий лимоннокислый трехводный х. ч., очищенный, раствор массовой концентрации 500 гр/дм³.

Кислота серная х. ч., плотностью 1,84 гр/см³.

Допускается применять импортные оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

3.2. Дополнительная подготовка проб и минерализация продуктов путем минерализации по пункту 7.1.

3.4. Проверка и подготовка лабораторной посуды.

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой, азотной кислотой плотностью 1,40 г/см³, несколько раз дистиллированной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем промывают раствором дитизона концентрации 0,01 г/дм³. Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона концентрации 0,30 г/дм³ и выдерживают каждый раз по 30 мин., после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона концентрации 0,01 г/дм³.

Промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

3.5. Очистка инертного газа от кислорода.

При наличии примеси кислорода более 0,001% газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из растворов пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5.

3.6. Очистка аммиака методом изотермической перегонки.

На дне эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают 500 см³ водного аммиака, а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 см³ бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 сут. В чашке получают очищенный раствор аммиака концентрации от 130 до 150 г/дм³. Концентрация аммиака в растворе уточняется на основе измеренных ареометром показателей плотности.

3.7. Приготовление фоновых электролитов.

3.7.1. Фоновый электролит А — смешанный раствор ортофосфорной кислоты концентрации с $(1/3 * H_3PO_4) = 1,3$ моль/дм³ и хлорной кислоты концентрации с $(HClO_4) = 0,7$ моль/дм³ смешивают разбавленные ортофосфорную, хлорную кислоту и бидистиллированную воду в соотношении 3:2:5.

3.7.2. Фоновый электролит Б — раствор соляной кислоты концентрации с $(HCl) = 0,1$ моль/дм³: отмеривают пипеткой 8,2 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят бидистиллированной водой до метки.

3.7.3. Фоновый электролит В-раствор соляной кислоты концентрации с $(HCl) = 0,4$ моль/дм³ отмеривают цилиндром 33 см³ кислоты плотностью 1,19 г/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой.

3.7.4. Фоновый электролит Ж-раствор соляной кислоты концентрации с $(HCl) = 0,2$ моль/дм³. Для его приготовления 16,4 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят бидистиллированной водой до метки.

3.8. Приготовление основного раствора свинца.

Свинец азотнокислый перекристаллизовывают и высушивают при (104 ± 1) °С до постоянной массы. 1,599 г высушенной соли растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. В колбу добавляют 5 см³ азотной

кислоты плотностью 1,40 гр/см³ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят не более 1 года. Концентрация свинца в основном растворе равна 1 мгр/см³.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят последовательным разбавлением в 10, 100 и 1000 раз основного раствора свинца. При измерении концентрации свинца в испытуемом растворе с использованием фонового электролита А разбавление проводят бидистиллированной водой, в остальных случаях — соответствующим фоновым электролитом.

3.10. Приготовление контрольного раствора.

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемого раствора.

Если контрольный раствор содержит измеримое количество свинца, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

3.11. Приготовление испытуемого раствора.

3.11.1. При использовании фонового электролита А золу, приготовленную по пункту 7.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см³ разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор выпаривают до влажных солей. К осадку в тигле добавляют 2 см³ разбавленной хлорной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 5 мин. Раствор охлаждают, добавляют 3 см³ разбавленной ортофосфорной кислоты и 3 см³ бидистиллированной воды, тщательно перемешивают и дают отстояться осадку. Раствор фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Тигель и фильтр смывают бидистиллированной водой, доводя объем до 10 см³.

3.11.2. При использовании фонового электролита Б золу, полученную по пункт 7.1, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты, раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют при нагревании на водяной бане в 5 см³ фонового электролита, охлаждают и фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, смывают тигель и фильтр фоновым электролитом и доводят объем раствора до 10 см³.

3.11.3. При использовании фонового электролита В золу, полученную по пункту 7.1, растворяют в тигле в 8 см³ фонового электролита, внося его порциями по 2 см³ и перемешивая стеклянной палочкой. После полного растворения золы раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, в мерную пробирку, смывают тигель и фильтр тем же раствором и доводят объем до 10 см³.

3.11.4. Предварительное экстракционное выделение свинца используют в тех случаях, когда при полярографировании испытуемых растворов, приготовленных по пунктам 3.11.1 — 3.11.3, не удается получить четкий пик свинца в связи с возникновением помех вследствие присутствия в золе мешающих элементов.

3.11.4.1. При анализе всех продуктов золу, полученную по пункту 7.1, растворяют в тигле при нагревании на водяной бане в 5 см³ разбавленной (1:2) азотной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 25 см³ бидистиллированной воды и 2 гр лимонной кислоты.

После растворения лимонной кислоты добавляют 1 см³ раствора тимолового синего и доводят рН примерно до 8,8 медленным добавлением аммиака при охлаждении пробы в ледяной бане. Цвет раствора должен измениться от красного через желтый до зеленовато-синего. Если при подщелачивании раствором аммиака образуется осадок, увеличивают количество добавляемой лимонной кислоты.

Раствор количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 или 500 см³ и, смывая несколько раз тигель бидистиллированной водой, доводят объем до величины около 150 см³.

Свинец несколько раз экстрагируют раствором дитизона порциями по 5 см³ до прекращения изменения цвета, встряхивая в делительной воронке каждый раз по 2 мин. Сначала используют раствор дитизона концентрации 1 гр/дм³, затем — 0,2 гр/дм³.

Дитизиновые экстракты собирают в делительной воронке, промывают 50 см³ бидистиллированной воды и переносят в другую делительную воронку. Водный слой промывают 5 см³ хлороформа и добавляют хлороформ к объединенным дитизиновым экстрактам.

В делительную воронку с дитизиновыми экстрактами добавляют 30 см³ раствора соляной кислоты концентрации с (НС1) = 0,2 моль/дм³, встряхивают в течение 2 мин и оставляют до разделения слоев. Дитизиновый раствор в хлороформе отбрасывают.

Оставшийся в делительной воронке раствор соляной кислоты промывают 5 см³ хлороформа. Хлороформ отбрасывают. Раствор фильтруют в тигель через обеззоленный фильтр, предварительно промытый раствором соляной кислоты концентрации с (НС1) = 0,2 моль/дм³. Делительную воронку и фильтр смывают два раза бидистиллированной водой порциями по 10 см³. Промывные воды присоединяют к раствору соляной кислоты, выпаривают на электроплитке при слабом нагреве до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Остаток растворяют в 10 см³ фонового электролита Б.

3.12. Проведение испытания.

3.12.1. Измерения проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см³.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 0,4 до минус 0,8 В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

3.13. Прямое полярографирование.

Используют в тех случаях, когда массовая доля свинца в пробе обеспечивает получение четкого пика металла на полярограмме, а состав элементов в золе не создает помех.

Определение проводят следующим образом. В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора по пунктам 3.10 или 3.11. В первую колбу добавляют 1 см³ соответствующего фонового электролита или бидистиллированной воды (при работе с фоновым электролитом А) и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика свинца.

Во вторую колбу вносят добавку — стандартный раствор в таком количестве, чтобы высота пика свинца на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см³), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют фоновый электролит или бидистиллированную воду (при работе с фоновым электролитом А) в объеме, необходимом для доведения его до 5 см³. Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика свинца.

3.14. Полярографирование с предварительным внесением свинца в испытуемый раствор.

Используют при анализе образцов с низкой массовой долей свинца или в тех случаях, когда на полярограмме вследствие помех из-за сложного элементарного состава золы наблюдается только нечеткий изгиб в области пика свинца.

Определение проводят следующим образом. В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора и добавляют минимальное количество свинца (0,2 — 0,5 мкг), которое обеспечило бы получение на полярограмме четкого пика свинца. Далее поступают по пункту 3.13.

Примечание: при работе по пунктам 3.11, 3.13 и 3.14 необходимые объемы жидкости отбирают только пипетками.

Аналогично полярографируют контрольный раствор.

3.15. Обработка результатов.

3.15.1. Массовую долю свинца (X) в млн⁻¹ (мг/кг) или массовую концентрацию (X) в мг/дм³ вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью 2 линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам:

при прямом полярографировании:

$$X = \left[\frac{(m_1 * H_1) * V_0}{(H_2 - H_1) * V_1} - m_k \right] : m$$

$$X = \left[\frac{(m_1 * H_1) * V_0}{(H_2 * H_1) * V_1} - m_k \right] : V$$

При полярографировании с предварительным внесением свинца в полярографируемый раствор

$$X = \left[\frac{m_1 * H_1}{H_2 * H_1} - m_k \right] * \frac{V_0}{V_1 * V}, \text{ где:}$$

m_1 — масса свинца, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

m — масса навески продукта, взятая для озоления;

m_k — масса свинца в контрольном растворе, мкг

m_2 — масса свинца, предварительно добавленная для получения четкого пика свинца, мкг;

H_1 — высота пика свинца, полученного при первом полярографировании, мм;

H_2 — высота пика свинца, полученного при втором полярографировании, мм;

V_0 — общий объем испытуемого раствора, приготовленного из озоленной навески, см³;

V_1 — объем испытуемого раствора, взятый для полярографирования, см³;

V — объем продукта, взятый для озоления, см³.

3.15.2. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов (X) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при $P = 0,95$ 30 % по отношению к среднеарифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

3.15.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли свинца любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют $\pm 0,05 \cdot X$.

3.15.4. Минимальная концентрация свинца, определяемая указанным методом, составляет 0,06 мкг в см³ полярографируемого раствора.

3.15.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли свинца одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет $0,22 \cdot X$.

3.15.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60% по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

4. Определение содержания цинка в полиграфической продукции.

Метод основан на сухой минерализации (озолении) пробы с использованием в качестве вспомогательного средства азотной кислоты и количественном определении цинка полярографированием в режиме переменного тока.

4.1. Метод отбора проб и подготовки их к испытанию должен быть указан в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы.

Полярограф марки ПУ-1 или других марок, обеспечивающих возможность работы в режиме переменного тока.

Баня водяная.

Электроплитка бытовая или других марок.

Баллон стальной.

Редуктор для газопламенной обработки с кислородным манометром.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 гр 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 1 кг 3-го класса точности.

Шкаф лабораторный сушильный.

Линейка чертежная мерительная.

Колбы мерные 2-25-2; 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2 и 2-1000-2.

Колбы конические Кн-2-10-18; Кн-2-25-18, Кн-2-250-34 и КН-2-2000-34.

Пробирки мерные П-2-10 и П-2-15.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Цилиндры 1-25 или 3-25; 1-50 или 3-50; 1-100 или 3-100; 1-250 или 3-250.

Эксикатор.

Чашка выпарительная фарфоровая № 4 или 5. Холодильник обратный ХШ-500-29/32 ХС.

Ареометры без шара А1-1, набор с пределами измерений от 700 до 1840 кгр/м³.

Фильтры обеззоленные диаметром 5,5 и 9 см, «синяя лента».

Универсальная индикаторная бумага.

Вода бидистиллированная.

Вода дистиллированная.

Аммоний надсерноокислый х. ч.

Кислота серная х. ч., плотностью 1,84.

Натрий хлористый для спектрального анализа, х. ч.

Кислота соляная х. ч., раствор 1:1.

Хлороформ.

Дитизон, ч. д. а., растворы концентрации в хлороформе 0,01 и 0,30 гр/дм³ Калия гидроокись ч. д. а., гранулированная и раствор концентрации 600 гр/дм³ Натрия гидроокись по ч. д. а., гранулированная.

Пирогаллол А, ч. д. а., раствор концентрации 250.

Азот газообразный ос. ч. или «О», или другой инертный газ с массовой долей кислорода не более 0,001%.

Аммиак водный особой чистоты или аммиак водный ч. д. а., очищенный методом изотермической перегонки.

Аммоний хлористый, ос. ч., х. ч.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный, ч. д. а., или аммоний лимоннокислый, ч. д. а., раствор концентрации 200 гр/дм³.

Кислота азотная х. ч., плотностью 1,40 гр/см³.

Кислота соляная особой чистоты или кислота соляная х. ч., плотностью 1,19 гр/дм³, разбавленная бидистиллированной водой (1:1) и раствор концентрации с (HCl) = 1 моль/дм³.

Кальций хлористый 2-водный, ч., прокаленный.

Натрий сернистоокислый (сульфит) безводный, ос. ч., или ч. д. а., раствор концентрации 201,6 гр/дм³, свежеприготовленный.

Ртуть Р0 или Р1.

Цинк гранулированный, ч. д. а.

Цинка окись, ос. ч., х. ч.

Допускается применять импортные оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

4.3. Подготовка к испытанию

4.3.1. Дополнительная подготовка проб и минерализация продукта путем минерализации по пункту 7.1.

4.3.2. Проверка и подготовка лабораторной посуды.

Лабораторную стеклянную посуду промывают хромовой смесью, водой, азотной кислотой плотностью 1,40 гр/см³, несколько раз дистиллированной и дважды бидистиллированной водой и высушивают. Затем промывают раствором дитизона концентрации 0,01 гр/дм³. Даже при незначительном изменении окраски проводят несколько раз обработку дитизоном: заполняют посуду раствором дитизона концентрации 0,30 гр/дм³ и выдерживают каждый раз по 30 мин., после чего промывают хлороформом и повторяют обработку, используя раствор дитизона концентрации 0,01 гр/дм³.

Промывают хлороформом и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу.

4.3.3. Очистка инертного газа от кислорода.

При наличии примеси кислорода более 0,001% газ пропускают через поглотительную смесь, состоящую из растворов пирогаллола и гидроокиси калия в соотношении 1:5.

4.3.4. Очистка аммиака методом изотермической перегонки.

На дно эксикатора помещают несколько кусочков гидроокиси калия или натрия и приливают 500 см³ водного аммиака, а на фарфоровой сетке устанавливают выпарительную чашку с 250 см³ бидистиллированной воды. Эксикатор закрывают крышкой и оставляют на 5 суток. В чашке получают очищенный раствор аммиака концентрации от 130 до 150 гр/дм³. Концентрация аммиака в растворе уточняется на основе измеренных ареометром показателей плотности.

4.4. Приготовление фоновых электролитов.

4.4.1. Фоновый электролит А — раствор концентрации хлористого аммония с $(\text{NH}_4\text{Cl}) = 1$ моль/дм³ и аммиака с (NH_3) . 53,49 гр хлористого аммония растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³. В колбу добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 17 гр аммиака. Необходимый объем раствора аммиака рассчитывают на основе измеренных ареометром показателей плотности (от 63 до 75 см³ водного аммиака, ос. ч., или от 120 до 130 см³ очищенного изотермической перегонкой аммиака, ч. д. а.). Объем в колбе доводят до метки бидистиллированной водой.

4.4.2. Фоновый электролит Б — раствор соляной кислоты концентрации с $(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ отмеривают пипеткой 8,2 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 гр/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят бидистиллированной водой до метки.

4.4.3. Фоновый электролит В — раствор соляной кислоты концентрации с $(\text{HCl}) = 0,4$ моль/дм³: отмеривают цилиндром 33 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 гр/см³ в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят бидистиллированной водой до метки.

4.4.4. Фоновый электролит Д — раствор хлористого натрия концентрации 50 гр/см³, содержащий серную кислоту и надсерноокислый аммоний; готовят следующим образом: 50,0 гр хлористого натрия количественно переносят в коническую колбу вместимостью 2 дм³, растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора серной кислоты и вносят около 10 гр надсерноокислого аммония. Кипятят раствор 30 мин., охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем дистиллированной водой до метки.

4.4.5. Фоновый электролит Е — раствор хлористого натрия концентрации 50 гр/дм³ готовят следующим образом: 50,00 гр хлористого натрия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и доводят до метки.

4.5. Приготовление основного раствора цинка

4.5.1. 1,000 гр гранулированного цинка растворяют в 7 разбавленной (1:1) соляной кислоты, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

4.5.2. 1,242 гр окиси цинка, высушенной при (104 ± 1) °С до постоянной массы, растворяют в 3,65 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 гр/см³, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

4.5.3. Основной раствор хранят не более 1 года. Концентрация цинка в основном растворе равна 1 мгр/см³.

Стандартные растворы необходимой концентрации готовят в день испытания последовательным разбавлением основного раствора цинка в 10, 100 и 1000 раз. При измерении концентрации цинка в испытуемом растворе с использованием фонового электролита А разбавление проводят бидистилли-

рованной водой, в остальных случаях — соответствующим фоновым электролитом.

4.6. Приготовление контрольного раствора.

Проверяют каждую новую партию реактивов.

Готовят, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемого раствора.

Если контрольный раствор содержит измеримое количество цинка, его готовят ежедневно при каждой серии измерений.

4.7. Приготовление испытуемого раствора.

4.7.1. При использовании фонового электролита А.

4.7.1.1. Раствор нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, смывая тигель несколько раз бидистиллированной водой. К раствору в колбе добавляют водный раствор аммиака в таком объеме, который содержит 0,85 гр аммиака. Необходимый объем этого раствора рассчитывают по его плотности, измеренной ареометром. Объем раствора в колбе доводят до метки бидистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 10 мкг/см³. В случае более высокой концентрации проводят его дополнительное разведение фоновым электролитом.

4.7.1.2. Раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют в 4 см³ раствора соляной кислоты концентрации с (HCl)=1 моль/дм³, добавляют 4 см³ раствора лимоннокислого аммония и нейтрализуют водным раствором аммиака по универсальной индикаторной бумаге. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, смывая его несколько раз фоновым электролитом. Если появляется помутнение раствора, объем добавляемого лимоннокислого аммония следует увеличивать до 5 см³. Объем раствора в колбе доводят до метки фоновым электролитом, перемешивают и фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 10 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в пункте 4.7.1.1.

4.7.2. При использовании фонового электролита Б золу, приготовленную по пункту 7.1, растворяют в тигле при нагревании на электроплитке в 5 см³ разбавленной (1:1) соляной кислоты, раствор выпаривают на электроплитке до объема около 1 см³ и затем досуха на водяной бане. Осадок растворяют при нагревании в 5 см³ фонового электролита, охлаждают и фильтруют в мерную пробирку через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом. Смывают тигель в фильтр фоновым электролитом и доводят объем раствора до 10 см³.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до

20 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в пункте 4.7.1.1.

4.7.3. При использовании фонового электролита В золу, приготовленную по пункту 7.1, растворяют в тигле в 8 см³ фонового электролита, внося его порциями по 2 см³ и перемешивая стеклянной палочкой. После полного растворения золы раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, предварительно промытый фоновым электролитом, в мерную пробирку, смывают тигель и фильтр тем же раствором и доводят объем до 10 см³.

Концентрация цинка в испытуемом растворе должна быть от 0,2 до 20 мкг/см³. В случае более высокой концентрации поступают так же, как в пункте 4.7.1.1.

Допускается использовать физические методы разрушения органических соединений (ультрафиолетовое облучение, обработку ультразвуком), обеспечивающие полноту разрушения примерно 98%; в этом случае разбавление производят фоновым электролитом Е.

4.8. Проведение испытания.

4.8.1. Измерения проводят на полярографе в режиме переменного тока с ртутно-капельным электродом в электролизере вместимостью 5 см³.

Полярограмму записывают при напряжении от минус 1,0 до минус 1,4. В относительно донной ртути, выбирая режим работы в соответствии с инструкцией к полярографу.

4.8.2. Полярографирование при использовании фонового электролита А.

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 8 см³ контрольного или испытуемого раствора, приготовленного по пункту 4.7.1 и 1 см³ раствора сульфата натрия. В первую колбу добавляют 1 см³ бидистиллированной воды. Раствор немедленно переносят в электролизер, предварительно промытый дистиллированной водой, фоновым электролитом и полярографируемым раствором, полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Во вторую колбу вносят добавку — стандартный раствор цинка в таком количестве, чтобы высота пика цинка на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 1 см³), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита и зольных элементов. Затем в колбу добавляют бидистиллированную воду в объеме, необходимом для доведения его до 10 см³. Далее поступают так же, как с раствором без добавки.

4.8.3. Полярографирование при использовании фоновых электролитов Б и В.

В две конические колбы вместимостью 10 или 25 см³ помещают по 4 см³ контрольного или испытуемого раствора, приготовленного по пунктам 4.7.2 или 4.7.3. В первую колбу вносят 1 см³ соответствующего фонового электролита и пропускают через раствор азот или любой другой инертный газ в течение 10 мин.

Раствор немедленно вносят в электролизер, предварительно промытый как в пункте 4.8.2, полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Во вторую колбу вносят добавку так же, как в пункте 4.8.2, и далее поступают, как с раствором без добавки.

Примечание: при работе по пунктам 4.6, 4.7. и 4.8 необходимые объемы жидкостей отбирают только пипетками.

4.8.4. Полярографирование при использовании фоновых электролитов Д, Е.

25 см³ испытуемого раствора с помощью пипетки вносят в электролизер, предварительно промытый водой и полярографируемым раствором. Пропускают инертный газ в течение 10 мин., полярографируют и измеряют высоту пика цинка.

Далее в электролизер вносят добавку — стандартный раствор цинка в таком объеме, чтобы высота пика цинка на полярограмме примерно удвоилась по сравнению с первоначальной. Добавку следует вносить в малом объеме (не более 0,5 см³), чтобы предотвратить изменение концентрации фонового электролита.

Пропускают инертный газ, полярографируют в тех же условиях и измеряют высоту пика цинка.

Аналогично проводят полярографирование контрольного раствора.

4.9. Обработка результатов.

4.9.1. Массовую долю цинка (X) в (мгг/кг) или массовую концентрацию (X) в вычисляют по высоте пиков, измеренных на полярограммах с помощью линейки с точностью до 1 мм, соответственно по формулам:

$$X = \left[\frac{m_1 * H_1 * V_0 * B}{(H_2 * H_1) * V_1} - m_r \right] : m;$$

$$X = \left[\frac{m_1 * H_1 * V_0 * B}{(H_2 * H_1) * V_1} - m_r \right] : V; \text{ где:}$$

m_1 — масса цинка, добавленного перед вторым полярографированием, мкг;

H_1 — высота пика цинка, полученного при первом полярографировании, мм;

H_2 — высота пика цинка, полученного при втором полярографировании, мм;

m_k — масса цинка в контрольном растворе, мкг;

m — масса навески продукта, взятая для озоления, г;

V_0 — общий объем раствора, приготовленного из озоленной навески;

V_1 — объем испытуемого раствора, взятый для полярографирования;

V — объем продукта, взятый для озоления;

B — кратность дополнительного разведения при большой концентрации цинка в испытуемом растворе.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

4.9.2. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать при $P = 0,95$ 20% по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

4.9.3. Пределы возможных значений систематической составляющей погрешности измерений массовой доли цинка любой пробы при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляют $\pm 0,04 (\bar{X})$.

4.9.4. Минимальная концентрация цинка, определяемая указанным методом, составляет 0,2 мкг в полярографируемом растворе.

4.9.5. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли цинка одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет 0 14 (\bar{X}).

4.9.6. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 40% по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

5. Метод определения содержания мышьяка в полиграфической продукции

5.1. Метод отбора проб и подготовки их к испытанию должен быть указан в нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

5.2. Реактивы, посуда и приборы:

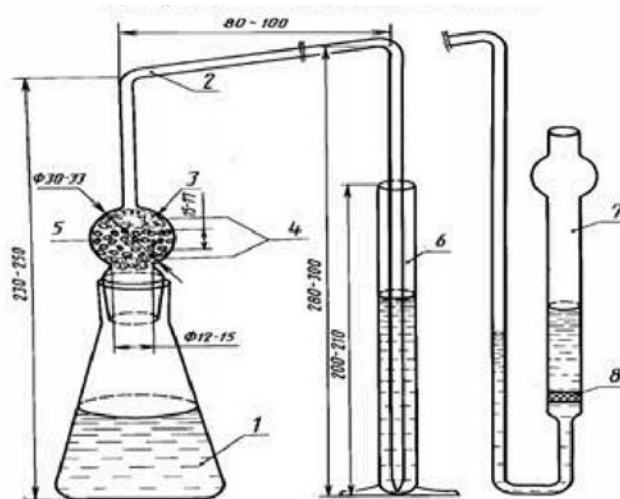
Колориметр фотоэлектрический с устройством для отсчитывания значений оптической плотности по нормативно-технической документации или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 гр 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 1 кг 3-го класса точности.

Прибор для отгонки и поглощения мышьяка (чертеж № 2).

Чертеж № 2

Прибор для отгонки и поглощения мышьяка

1 — реакционная колба; 2 — соединительная трубка со шлифом и капилляром; 3 — расширение для ваты; 4 — вата, пропитанная уксуснокислым свинцом; 5 — гранулы гидроксида калия; 6 — цилиндр с поглощающим раствором; 7 — поглотительный прибор с поглощающим раствором; 8 — пористая стеклянная пластинка.

Воронка Бюхнера 1 или 2.

Воронка стеклянная типа В.

Эксикатор.

Колба коническая КНКШ-250.

Конус взаимозаменяемый КШ-29/32.

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой № 2.

Трубки стеклянные цилиндрические и дрот глухой.

Палочки стеклянные.

Колбы мерные 2-100-2; 2-1000-2.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 и 25 см³.

Цилиндры 3-100, 3-1000.

Пробирки мерные П-2-10.

Стаканы В-1-500 и В-1-2000 ТХС.

Центрифуга лабораторная любого типа, обеспечивающая частоту вращения 5000 мин⁻¹.

Магний сернокислый х. ч., раствор молярной концентрации с (MgSO₄) = 1 моль/дм³.

Фильтры беззольные, «синяя лента», диаметр 7 см.

Вата.

Спирт этиловый ректификованный технический.

Спирт этиловый ректификованный.

Фенолфталеин ч. д. а., раствор концентрации в этиловом спирте 1 гр/дм³.

Кислота соляная плотностью 1,19 гр/см³, раствор концентрации с (HCl) = 0,3 моль/дм³.

Кислота серная х. ч., раствор концентрации ($1/2$ с H₂SO₄) = (H₂SO₄) 1 моль/дм³.

Кислота азотная х. ч., разбавленная 1:1.

Вода дистиллированная.

Калий йодистый х. ч., раствор концентрации 150 гр/дм³.

Олово двухлористое ч. д. а., раствор концентрации 200 гр/дм³ в соляной кислоте плотностью 1,19 гр/см³.

Цинк гранулированный, х. ч.

Кальций хлористый двуводный х. ч., гранулированный, прокаленный.

Натрий серноокислый безводный х. ч., прокаленный.

Натрия гидроокись х. ч., раствор концентрации с (NaOH) = 2 моль/дм³.

Калия гидроокись ч. д. а., гранулированный.

Ангидрид мышьяковистый.

Натрий мышьяковистый двузамещенный, 7-водный или стандарт-титр.

Медь серноокислая пятиводная, х. ч., дважды перекристаллизованная и высушенная в эксикаторе до постоянной массы, раствор концентрации 10 гр/дм³.

Моноэтаноламин, ч., или гексаметилентетрамин (уротропин), ч.

Хлороформ, х. ч., высушенный над безводным серноокислым натрием.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат, ч. д. а., кристаллический.

Серебро азотнокислое, х. ч.

Свинец (II) уксуснокислый, х. ч., раствор концентрации 150 гр/дм³.

Допускается применять импортное оборудование, посуду и реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

Подготовка к испытанию.

5.1. Минерализация.

Минерализацию проводят по пункту 7.1.

5.1.1. Контрольную пробу готовят, используя применяемые для минерализации реактивы, прибавляя их в тех же количествах, объемах и последовательности, что и при минерализации пробы, но без добавления испытуемой пробы.

5.2. Приготовление испытуемых и контрольного растворов.

5.2.1. Зола, полученную сухой минерализацией, осторожно растворяют в 30 — 50 см³ раствора соляной кислоты концентрации с (HCl) = 0,3 моль/дм³ и, избегая разбрызгивания, добавляют соляную кислоту плотностью 1,19 гр/см³ из расчета 4 см³ кислоты на 1 гр окиси магния, добавленной в пробу перед озолением. Если зола плохо растворяется, ее подогревают с

соляной кислотой на водяной бане. Полученный раствор золы используют для последующего испытания.

Раствор, полученный в результате мокрой минерализации или кислотной экстракции, используют для проведения испытания без дополнительной обработки.

5.2.2. Контрольный раствор готовят из контрольной пробы, используя все реактивы и растворы, аналогично приготовлению испытуемых растворов.

5.3. Подготовка прибора для отгонки и поглощения мышьяка.

5.3.1. Прибор собирают в соответствии с чертежом. Прибор включает реакционную колбу вместимостью 250 см³, соединительную трубку (внешний диаметр 4 мм) с расширением, шлифом и капилляром, цилиндр (внутренний диаметр 11 мм) с поглощающим раствором или поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой для поглощения раствора. Перед употреблением прибор промывают разбавленной азотной кислотой (1:1), а затем водой.

5.4. Приготовление ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом.

Вату пропитывают раствором уксуснокислого свинца и высушивают при комнатной температуре. Вату хранят в эксикаторе не более 6 месяцев.

5.5. Приготовление диэтилдитиокарбамата серебра.

5.5.1. Диэтилдитиокарбамат серебра готовят следующим образом. Раствор, содержащий 1,7 гр нитрата серебра в 100 см³ воды, медленно при перемешивании приливают к раствору, содержащему 2,3 гр диэтилдитиокарбамата натрия в 100 см³ воды. Температура растворов должна быть не более 10 °С. Образовавшийся лимонно-желтый осадок диэтилдитиокарбамата серебра отфильтровывают на воронке Бюхнера и тщательно промывают водой до исчезновения реакции на серебро с несколькими каплями соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,3 моль/дм³. Осадок разрыхляют стеклянной палочкой и высушивают в эксикаторе над хлористым кальцием в темноте до постоянной массы при комнатной температуре. Сухое вещество хранится в темноте не более 6 месяцев.

5.6. Приготовление поглощающего раствора.

Растворяют 0,2 гр диэтилдитиокарбамата серебра в 100 см³ хлороформа, в который предварительно добавлен 1,0 см³ моноэтанола амина или 1,0 гр уротропина.

Раствор с уротропином используют только для продуктов с массовой долей мышьяка более 0,1 мгр/кг.

Для работы используют свежеприготовленный поглощающий раствор.

5.7. Приготовление основного раствора мышьяка.

Основной раствор мышьяка готовят одним из способов:

вскрывают стандарт-титр или берут навеску 0,132 гр мышьяковистого ангидрида (As₂O₃), растворяют в 15 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации с (NaOH)=2 моль/дм³, затем нейтрализуют раствором серной кислоты концентрации с (1/2 H₂SO₄) =1 моль/дм³ в присутствии фенолф-

талеина и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой. Основной раствор хранят не более 1 года.

Вскрывают стандарт-титр берут навеску 0,4160 гр двухзамещенного мышьяковистого натрия (Na₂HAsO₄) вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Полученный раствор содержит 100 мкг мышьяка в 1 см³.

5.8. Приготовление рабочего раствора мышьяка.

Непосредственно перед определением мышьяка 10 см³ основного раствора мышьяка помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки. Полученный раствор содержит 10 мкг мышьяка в 1 см³.

5.9. Приготовление раствора сравнения и построение градуировочного графика.

5.9.1. В шесть цилиндров или поглотительных приборов с пористой стеклянной пластинкой наливают по 10 см³ поглощающего раствора. В трубки с расширением (чертеж № 2) помещают слой ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом, затем 5-6 гранул гидроксида калия и закрывают отверстие слоем ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом.

5.9.2. В шесть реакционных колб вместимостью 250 см³ каждая вносят соответственно 0,0; 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см³ рабочего раствора мышьяка, т. е. соответственно 0; 2,5; 5; 10; 15; 20 мкг мышьяка.

5.9.3. В каждую реакционную колбу приливают 25 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 гр/см³, 2,5 см³ раствора йодистого калия, 1,5 см³ раствора двухлористого олова и доводят водой до 100 см³, приливают 1 см³ раствора сернокислой меди, тщательно перемешивают и выдерживают 10 — 15 мин.

Затем в каждую реакционную колбу вносят 5 гр гранулированного цинка, после чего быстро надевают на колбу соединительную трубку с капилляром, конец которого погружен в цилиндр с поглощающим раствором или поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой, в который налит поглощающий раствор. Отгоняют образовавшийся мышьяковистый водород в течение 60 мин. В случае помутнения поглощающего раствора его фильтруют через ватный тампон, помещенный в носик воронки.

5.9.4. Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к поглощающему раствору на фотоэлектроколориметре с $\lambda = (520 \pm 10)$ нм в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм или спектрофотометре при длине волны 520 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 5 или 10 мм.

5.9.5. Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс массы мышьяка в мкг, введенные в растворы сравнения, по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

5.10. Проведение испытания.

5.10.1. В реакционную колбу прибора вносят испытуемый раствор, подготовленный по пункту 5.2. Далее испытания проводят согласно пунктам 5.9.3, 5.9.4.

5.10.2. По полученному значению оптической плотности с помощью градуировочного графика находят массу.

5.11. Обработка результатов.

5.11.1. Массовую долю мышьяка (X) в млн^{-1} вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{V}$$

Массовую концентрацию (X_1) в $\text{мгг}/\text{дм}^3$ вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{V}, \text{ где:}$$

m_1 — масса мышьяка в испытуемом растворе, найденная по градуировочному графику;

m_2 — масса мышьяка в контрольном растворе, найденная по градуировочному графику, мкг ;

m — масса навеска продукта, взятая для минерализации, в г ;

V — объем продукта, взятый для минерализации, см^3 .

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

5.11.2. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение (\bar{X}) результатов двух параллельных определений, исправленное на величину систематической составляющей погрешности измерений, которая составляет $+0,15 \bar{X}$. Допустимое расхождение результатов двух параллельных определений при $P = 0,95$ не должно превышать 25% по отношению к среднеарифметическому значению. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

5.11.3. Минимальная масса мышьяка, определяемая данным методом в колориметрируемом объеме, составляет 2,5 мкг при использовании поглощающего раствора с моноэтаноламином и 5 мкг — с уротропином.

5.11.4. Значение среднеквадратичного отклонения случайной составляющей погрешности измерений массовой доли мышьяка одной и той же пробы в разных лабораториях при допускаемых методикой изменениях влияющих факторов составляет $0,19 \bar{X}$.

5.11.5. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 60% по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

6. Определения содержания хрома (III, IV).

Метод основан на окислении дифенилкарбазида бихроматом с образованием растворимого в условиях метода соединения красно-фиолетового цве-

та. Строение образующегося соединения неизвестно. Чувствительность метода 0,15 гамма хрома.

Реактивы:

Серная кислота, 1:3 и 1:9;

Азотная кислота, уд. вес 1,4;

Азотнокислое серебро, 0,6% — раствор;

Персульфат аммония, 15% — свежеприготовленный раствор;

Натрий хлористый, 0,2% — раствор;

Натрий углекислый, 7,5% — раствор.

6.1. Дифенилкарбазид, свежеприготовленный 0,1 гр дифенилкарбазида растворяют в 10 мл ледяной уксусной кислоты, к раствору добавляют 90 мл чистого спирта.

6.2. Двухромовокислый калий, 0,001Н раствор.

Чистый перекристаллизованный и высушенный при 130° С. С двухромовокислый калий в количестве 0,045 гр растворяют в дистиллированной воде в литровой колбе, объем доводят до метки и хорошо перемешивают. 1 мл раствора соответствует 0,015 мгр хрома.

6.3. Ход определения. 50 — 100 мл вытяжки выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха; полученный остаток осторожно озольют. После охлаждения вводят в чашку 5 мл раствора серной кислоты (1:9), помещают чашечку в кипящую водяную баню и после полного растворения остатка содержимое чашки переводят вместе с промывной водой, которой ополаскивают чашку. В коническую колбу на 100 мл, прибавляют 8 — 10 капель концентрированной азотной кислоты, после чего кипятят жидкость до появления белых паров серной кислоты. По охлаждении к жидкости осторожно прибавляют 20 мл дистиллированной воды, 2 мл раствора 0,6% — азотнокислого серебра и 2 мл раствора 15%-персульфата аммония и кипятят до полного разрушения персульфата аммония (около 30 минут).

При этом в присутствии хрома раствор окрашивается в желтый или желтоватый цвет, а в присутствии марганца — в малиновый или слабо-малиновый.

Для разрушения марганцевой кислоты к раствору добавляют 4 мл раствора хлористого натрия и кипятят жидкость в течение 5 минут на асбестовой сетке. Если при этом малиновый цвет жидкости не исчезает, добавляют еще 4 мл раствора хлористого натрия и снова кипятят в течение 5 минут.

Далее колбу снимают с асбестовой сетки, добавляют 10 мл холодной дистиллированной воды и тотчас охлаждают под краном или помещают в сосуд со льдом. К охлажденному таким образом раствору осторожно прибавляют приблизительно 8 — 10 мл 7,5% — раствора углекислого натрия для осаждения железа, избегая большого избытка углекислого натрия. После этого содержимое колбы переносят в мерную колбу на 50 мл, доводят ее дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. После отстаивания жидкость фильтруют в сухую колбу через сухой складчатый фильтр, отбрасывая первую небольшую часть фильтрата.

20 мл прозрачного раствора переносят в мерную колбу на 25 мл, до-

бавляют 5 мл едкого натра (1:10) и дистиллированную воду до метки колбы; хорошо перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 1 час и, если раствор мутный, фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу Эрленмейера. К 2-3 мл прозрачного фильтрата добавляют избыток серной кислоты (1:3) и 1-2 мл 0,1%-раствора дифенилкарбазида.

При наличии хрома раствор окрашивается в красно-фиолетовый цвет.

6.4. В случае необходимости проводят количественное определение хрома.

Для количественного определения хрома берут 20 мл фильтрата в мерную колбу емкостью 50 мл, добавляют по каплям серную кислоту (1:3) до кислой реакции на лакмус и прибавляют избыток последней — несколько капель. При помутнении жидкости после подкисления раствор фильтруют. К прозрачному раствору добавляют 5 мл раствора дифенилкарбазида, дистиллированной водой доводят объем в колбе до метки и оставляют в покое на несколько (5 — 10) минут.

В это время готовят стандартный раствор. В мерную колбу емкостью 50 мл наливают 20 мл дистиллированной воды, 5 мл серной кислоты (1:3), 5 мл раствора дифенилкарбазида и добавляют из микробюретки 0,001N раствор двуххромовокислого калия до получения окраски, близкой к окраске испытуемого раствора. Объем жидкости в колбе доводят дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и оставляют в покое на 10 минут, после чего проводят сравнение окрасок испытуемого и стандартного растворов в цилиндрах Генера. Содержания хрома рассчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{a * h_1 * 25 * 50 * 1000}{H * 20 * 20 * b}, \text{ где:}$$

X — количество хрома в мг/л вытяжки;

a — количество хрома, взятое для стандартного раствора;

h₁ — высота столба стандартного раствора;

h — высота столба испытуемого раствора;

b — количество вытяжки, взятое для анализа, в мл.

Для мойки посуды и аппаратуры, используемых при определении хрома, не должна применяться хромовая смесь.

7. Подготовка проб.

Минерализация для определения содержания токсичных элементов

7.1. Способ сухой минерализации.

Способ сухой минерализации основан на полном разложении органических веществ путем сжигания пробы сырья или продуктов в электропечи

при контролируемом температурном режиме и предназначен для всех видов сырья и продуктов, кроме животных, растительных жиров и масел.

7.2. Аппаратура, материалы, реактивы.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками с наибольшим пределом взвешивания 200 гр 3-го класса точности для взятия навесок массой до 10 гр.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками с наибольшим пределом взвешивания 500 гр или 1 кг 4-го класса точности для взятия навесок массой 10 гр и более.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40 — 150° С при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих $\pm 5^{\circ}$ С.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима 150 — 500° С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих $\pm 25^{\circ}$ С.

Лампа инфракрасная мощностью 250 или 500 W, закрепленная на штативе так, чтобы можно было регулировать высоту.

Аппарат для встряхивания жидкости.

Насос водоструйный или насос вакуумный с электродвигателем по нормативному документу по стандартизации.

Щипцы тигельные.

Электроплитка бытовая или горелка газовая.

Баня водяная.

Колба с тубусом 1-500 или 2-500 (для удаления диоксида углерода из продукта).

Чашы или тиглы кварцевые вместимостью 50, 100, 250 см³ или чашки (тиглы) фарфоровые.

Пипетки.

Цилиндры 1-25, 1-100, 1-500.

Колба Кн-2-1000 — 29 ТХС или Кн-2-1000-34 ТХС.

Стакан В-1-1000 ТХС или В-1-2000 ТХС.

Фильтры обеззоленные.

Вода дистиллированная.

Вода бидистиллированная или деионизированная.

Кислота серная, х. ч., раствор (1:9) по объему.

Кислота уксусная, х. ч., раствор (1:19) по объему.

Кислота соляная, х. ч., раствор (1:1) по объему.

Кислота азотная, х. ч., концентрированная и раствор (1:1) по объему.

Магния оксид, ч. д. а.

Магний азотнокислый 6-водный, ч. д. а., спиртовой раствор 50 гр/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический.

Примечание. Допускается использование других аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

7.3. Подготовка к минерализации.

7.3.1. Новую или сильно загрязненную лабораторную посуду (колбы, пипетки, чаши или тигли) после обычной мойки в растворе любого моющего средства промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой.

Непосредственно перед использованием посуду дополнительно обрабатывают горячим раствором азотной кислоты (1:1), затем ополаскивают дистиллированной водой, обрабатывают горячим раствором соляной кислоты (1:1), ополаскивают 3-4 раза дистиллированной водой, затем 1-2 раза бидистиллированной или деионизированной водой и сушат. Обработку горячим раствором кислоты проводят следующим образом: посуду помещают в термостойкий химический стакан вместимостью 1000 см³, заливают раствором кислоты, нагревают до кипения и отключают подогрев. Выдерживают до полного охлаждения и промывают, как указано выше.

Вместо обработки посуды одним из растворов кислот допускается выдерживание чаш или тиглей с раствором уксусной кислоты на кипящей водяной бане в течение 1 ч.

7.3.2. В чашу (чашку, тигель) берут навеску продукта из подготовленной к испытаниям пробы. Значения массы навески (или объема пробы) указаны в таблице № 4.

Таблица № 4.

Наименование сырья и продукции	Масса навески, гр (или объем пробы, см ³), при определении токсичных элементов					
	методом атомной абсорбции			полярографией		колориметрический
	свинец	цинк	хром	свинец	цинк	мышьяк
Полиграфическая продукция	100	50	100	100	100	50

7.4. Минерализация проб для определения содержания, свинца, цинка, хром, методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии.

7.4.1. При содержании в продукте до 20% влаги чашу с навеской помещают на электроплитку и проводят осторожно обугливание, не допуская сильного дымления. После прекращения выделения дыма чашу помещают в электропечь, отрегулированную ранее на температуру около 250° С.

При содержании влаги в продукте от 20 до 80% чашу с навеской помещают на кипящую водяную баню или в сушильный шкаф (доводя его температуру до 150° С), или на электрическую плитку и удаляют влагу. Затем осторожно обугливают содержимое чаши на газовой горелке или электрической плитке до прекращения выделения дыма, не допуская сильного дымления, воспламенения и выбросов. Чашу помещают в электропечь, отрегулированную ранее на температуру около 250° С.

Примечание: для интенсификации процесса обугливания рекомендуется:

а) одновременно обогревать чашу с навеской продукта инфракрасной лампой;

б) в чашу с навеской добавить этиловый спирт из расчета 5 см³ на 1 гр сухого вещества, закрыть часовым стеклом и выдержать 24 — 48 ч, затем проводить обугливание.

7.4.2. После окончания обугливания минерализацию проб проводят в электропечи, постепенно (на 50⁰ С через каждые 30 мин.) повышая температуру до 450⁰ С. Продолжают минерализацию при этой температуре до получения серой золы.

7.4.3. Чашу с золой вынимают из электропечи через 10 — 15 ч озоления, охлаждают до комнатной температуры и смачивают содержимое по каплям минимальным количеством раствора азотной кислоты.

Выпаривают кислоту досуха на водяной бане с последующей выдержкой в сушильном шкафу при температуре до 140⁰ С либо под инфракрасной лампой, либо на электроплитке со слабым нагревом. После охлаждения чашу с навеской снова помещают в охлажденную электропечь. Постепенно доводят температуру до 300⁰ С и выдерживают в течение 0,5 ч. Указанный цикл повторяют несколько раз. Минерализацию считают законченной, когда зола станет белого или слегка окрашенного цвета, без обугленных частиц. При наличии обугленных частиц повторяют обработку золы раствором азотной кислоты или водой.

7.4.4. Параллельно в двух чашках проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для контроля их чистоты.

7.5. Минерализация проб для определения содержания мышьяка.

7.5.1. В чашу с навеской продукта, содержащего менее 80% влаги, добавляют 10% массы навески в расчете на сухое вещество оксида магния и такое же количество спиртового раствора азотнокислого магния (в расчете на безводную соль). Полученную смесь тщательно перемешивают до образования однородной кашицы.

При анализе жидких продуктов, содержащих 80% влаги и более, вносят в чашу с навеской по 5% массы навески в расчете на сухое вещество оксида магния и раствора азотнокислого магния.

7.5.2. Чашу с навеской помещают на водяную баню или в сушильный шкаф при температуре 80 — 100⁰ С и выпаривают досуха, после чего переносят на электроплитку и обугливают при слабом нагреве до прекращения выделения дыма. Затем чашу помещают в электропечь, ранее отрегулированную на температуру 250⁰ С, повышают температуру до 450⁰ С постепенно на 50⁰ С в час и продолжают минерализовать при этих условиях до получения серой золы. Далее проводят минерализацию, как указано в пункте 7.4.3, используя вместо раствора азотной кислоты воду.

7.5.3. Параллельно в двух чашках проводят минерализацию добавляемых к навеске реактивов для проверки их чистоты.

7.6. Способ мокрой минерализации.

Способ основан на полном разрушении органических веществ пробы продукта при нагревании с серной и азотной концентрированными кислотами с добавлением хлорной кислоты или перекиси водорода или при нагре-

вании только с перекисью водорода и предназначен для всех видов сырья и продуктов.

7.6.1. Аппаратура, материалы, реактивы.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками с наибольшим пределом взвешивания 200 гр 3-го класса точности для взятия навесок массой до 10 гр.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками с наибольшим пределом взвешивания 500 гр или 1 кг 4-го класса точности для взятия навесок массой 10 гр и более.

Электроплитка бытовая или горелка газовая.

Штатив химический.

Баня водяная.

Колбы Кьельдаля 2-50-29, 2-100-29, 2-250-29 ТХС или колбы плоскодонные П-2-250-34 ТХС.

Стаканы В-1-50.

Цилиндры 1-5, 1-10, 1-25, 1-50.

Воронки В-56-80.

Пипетки.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2.

Колбы Кн-2-1000-29 ТХС или Кн-2-1000-34 ТХС.

Шарики стеклянные, используемые для обеспечения равномерности кипения.

Фильтры обеззоленные с синей лентой диаметром 11 см.

Кислота азотная, х. ч., концентрированная и раствор (1:1) по объему.

Кислота серная, х. ч.

Кислота соляная, х. ч. и раствор (1:36) по объему.

Кислота хлорная х. ч. или ч. д. а.

Водорода перекись х. ч.

Гидразин серноокислый, ч. д. а.

Вода дистиллированная.

Вода бидистиллированная.

Примечание: допускается применение других аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

7.6.2. Подготовка к минерализации.

7.6.2.1. Стеклоянную посуду моют, как указано в пункте 7.3.1.

7.6.2.2. Навеску жидких и пюреобразных продуктов массой, указанной в таблице № 4, взвешивают в стакане, переносят в колбу Кьельдаля или в плоскодонную колбу, смывая стенки стакана 10 — 15 см³ дистиллированной воды. Допускается брать навеску непосредственно в плоскодонную колбу.

7.6.2.3. Навеску твердых продуктов массой, указанной в таблице № 4, берут на обеззоленный фильтр, заворачивают в него и стеклянной палочкой помещают на дно колбы Кьельдаля или плоскодонной колбы.

Навеску сухих продуктов помещают в колбу Кьельдаля, добавляют 15 см³ воды, перемешивают.