




## СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

Научная статья  
УДК 006.82:543.08:543.51  
<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-83-94>



# Стандартный образец состава фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида

А. Г. Будко  

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»,  
г. Санкт-Петербург, Россия  
 [a.g.budko@vniim.ru](mailto:a.g.budko@vniim.ru)

**Аннотация:** Целью настоящего исследования стала разработка нового сертифицированного стандартного образца состава массовой доли фталатов в полимерной матрице (далее – ССО) на основе поливинилхлорида для валидации и/или верификации методик измерений, таких как ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021, ГОСТ Р ИСО 14389-2016, ГОСТ Р ИСО 16181-2015 и др.

В ходе исследования апробирована и успешно реализована методика подготовки исходного материала ССО, проведен критический анализ методов измерений содержания ди(н-бутил)фталата и ди(2-этилгексил)фталата. В качестве основного метода количественного определения аттестованного значения измеряемой величины массовой доли ди(н-бутил)фталата и ди(2-этилгексил)фталата выбран метод газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением. В соответствии с РМГ 93-2015, ГОСТ 8.315-2019 и ГОСТ ISO Guide 35-2015 оценена стандартная неопределенность аттестованного значения ССО от метода характеристики, от неоднородности и от нестабильности материала. Рассчитана расширенная неопределенность аттестованного значения.

В результате работ утвержден новый тип ССО состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида. Аттестованные значения ССО обеспечены метрологической прослеживаемостью к ГЭТ 208 в соответствии с метрологической соподчиненностью по поверочной схеме через ГСО 11366-2019.

ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде обладают следующими нормированными метрологическими характеристиками: массовая доля ди(н-бутил)фталата – 0,046 мг/г и ди(2-этилгексил)фталата – 45,8 мг/г; относительная расширенная неопределенность при  $k = 2$ ,  $P = 0,95$  равна 10 %. ССО хранится в запаянных флаконах в сухом, защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С; срок годности ССО составляет 3 года.

Разработанный ССО может применяться при решении любых измерительных задач и выполнении различных видов метрологических работ, в т. ч. – метрологического назначения в области полимерной и резинотехнической промышленности, пищевой промышленности, охране окружающей среды и научных исследованиях.

**Ключевые слова:** матричный стандартный образец, фталаты, аттестованная характеристика, неопределенность, метрологическая прослеживаемость, однородность, стабильность, метрологическое обеспечение

**Ссылка при цитировании:** Будко А. Г. Стандартный образец состава фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 83–94. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-83-94>

Статья поступила в редакцию 23.10.2023; одобрена после рецензирования 01.11.2023; принята к публикации 25.12.2023.


## REFERENCE MATERIALS

Research Article

# Certified Reference Material for the Composition of Phthalates in a Polymer Matrix Based on Polyvinyl Chloride

Alexandra G. Budko  

D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

 a.g.budko@vniim.ru

**Abstract:** The purpose of the study was to develop a new CRM for the composition of the mass fraction of phthalates in a polymer matrix based on polyvinyl chloride for validation and/or verification of measurement methods such as GOST R ISO 8124-6-2021, GOST R ISO 14389–2016, GOST R ISO 16181–2015 etc.

In the study, a method for preparing the starting material of the CRM was tested and successfully implemented, and a critical analysis of methods for measuring the content of di(n-butyl)phthalate and di(2-ethylhexyl)phthalate was carried out. The gas chromatography/isotope dilution mass spectrometry method was chosen as the main method for a quantitative determination of the certified value of the measured value of the mass fraction of di(n-butyl)phthalate and di(2-ethylhexyl)phthalate. In accordance with RMG 93–2015, GOST 8.315–2019, and GOST ISO Guide 35–2015, the standard uncertainty of the certified CRM value from the characterization method, from heterogeneity and instability of the material was assessed. The expanded uncertainty of the certified value was calculated.

As a result of the work, a new CRM for the composition of the mass fraction of phthalates in a polymer matrix based on polyvinyl chloride was approved. Certified CRM values are metrologically traceable to GET 208 in accordance with metrological hierarchy according to the verification schedule through GSO 11366–2019.

A CRM composition for the mass fraction of phthalates in polyvinyl chloride has the following standardized metrological characteristics: mass fraction of di(n-butyl)phthalate – 0.046 mg/g and di(2-ethylhexyl)phthalate – 45.8 mg/g; the relative expanded uncertainty at  $k = 2$ ,  $P = 0.95$  is 10 %. The CRM is stored in sealed bottles in a dry place, protected from light, at a temperature from 2 °C to 8 °C. The shelf life of the CRM is 3 years.

The developed CRM can be used in solving any measurement problems and performing various types of metrological work, including metrological purposes in the field of polymer and rubber industries, food industry, environmental protection, and scientific research.

**Keywords:** certified reference material, phthalates, certified value, uncertainty, metrological traceability, homogeneity, stability, metrological support

**For citation:** Budko A. G. Certified reference material for the composition of phthalates in a polymer matrix based on polyvinyl chloride. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2023;19(5):83–94. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-83-94>

The article was submitted 23.10.2023; approved after reviewing 01.11.2023; accepted for publication 25.12.2023.

**Используемые сокращения:** CRM – Certified Reference Material (Сертифицированный референтный материал);  $df$  – число групп (ANOVA);  $F$  – отношение оценки дисперсии между группами к оценке дисперсии внутри групп;  $MS$  – квадрат среднего (ANOVA); NIM – The National Institute of Metrology, China (Национальный метрологический институт Китайской Народной Республики); NMIJ – National Metrology Institute of Japan (Национальный метрологический институт Японии);  $P$ -значение – вероятность получения для данной вероятностной модели распределения значений случайной величины такое же или более экстремальное значение статистики по сравнению с ранее наблюдаемым; SPEX – SPEX CertiPrep, США;  $SS$  – сумма квадратов (ANOVA); ГСО – стандартные образцы утвержденного типа; ГХ–МС – газовая хроматография/масс-спектрометрия; ДБФ–ди(н-бутил)фталат; ДЭГФ – ди(2-этилгексил)фталат; МР – методические рекомендации; МУК – методические указания; НМИ – национальные метрологические институты; ПВХ – поливинилхлорид; СО – стандартный образец; ССО – сертифицированный стандартный образец.

## Введение

Полимерные материалы находят широкое применение в химической и пищевой промышленности, в автомобилестроении, медицине и фармакопее [1–4]. С середины прошлого века для улучшения свойств различных полимерных материалов в них добавляют специальные добавки различного функционального назначения – пластификаторы, наполнители, смазки, термостабилизаторы, антипирены, антиоксиданты, красители и др. [5–11]. Пластификаторы вводятся для регулирования физико-механических и эксплуатационных свойств изделий. [9, 12, 13].

Полимерные материалы из поливинилхлорида имеют целый ряд преимуществ, главные из которых – легкость в образовании пленки, превосходные механические свойства, оптическая прозрачность. Благодаря своей технологичности ПВХ-материалы высоко совместимы с добавками. Обладая достаточной жесткостью, они устойчивы к атмосферным воздействиям, ультрафиолетовому излучению. Наибольшее распространение в качестве пластификаторов в изделиях из ПВХ нашли сложные эфиры ортофталевой кислоты – фталаты. Фталатные пластификаторы, по данным на 2015 год, занимали более 80 % мирового рынка, при этом свыше 90 % фталатов использовалось для производства ПВХ. Чаще всего использовался бис(2-этилгексил)фталат, занимая 37 % мирового рынка пластификаторов [14, 15]. Поскольку фталаты не образуют прочных связей с полимером, они легко могут выделяться из готовых изделий в окружающую среду. Воздействие фталатов на окружающую среду и здоровье человека не до конца изучено, однако считается, что данные соединения могут вызывать ряд серьезных заболеваний, в том числе – онкологических, а также бесплодие, болезни эндокринной системы и др. [2, 3, 16–24]. Приведенные выше данные красноречиво свидетельствуют о том, что разработка быстрых, чувствительных и точных методов идентификации и количественного определения содержания фталатов в продуктах народного потребления остро необходима для обеспечения безопасности потребителей и получения представления о реальном риске воздействия на человека.

В РФ сложилась практика определения содержания фталатов в материалах различного состава, основанная на их измерении в водных или имитирующих модельную среду вытяжках из этих материалов по МР 01.025–07 и ГОСТ 33451–2015. В приведенных методиках количественное определение фталатов проводится методом внешнего стандарта на газовых хроматографах с пламенно-ионизационным или электронозахватным

детектором. Однако набирает силу тенденция применять для количественного определения веществ метод масс-спектрометрии с изотопным разбавлением, который признан первичным методом [25–28], что позволяет гарантировать наилучшие характеристики с точки зрения точности измерений.

В последнее время методики измерений, такие как ГОСТ Р ИСО 14389–2016, ГОСТ Р ИСО 16181–2015, ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021, предлагают определять содержание фталатов непосредственно в объеме материала, исключая стадию моделирования. Перечисленные методики измерений, как правило, включают применение СО утвержденного типа. Таким образом, СО являются важной составляющей для обеспечения единства, сопоставимости и прослеживаемости результатов измерений, необходимых для гарантирования качества, включая контроль точности результатов измерений и подтверждения подлинности исследуемого вещества, обеспечивая установление метрологических характеристик, отвечающих требованиям 102-ФЗ.

Для сопоставимости результатов, а также валидации и/или верификации методик измерений определения лучше всего использовать СО с аттестованными характеристиками интересующих аналитов в подходящей матрице. НМИ стран и некоторые коммерческие организации выпускают ограниченный ассортимент CRMs для валидации/верификации методик измерений, сведения о которых обобщены в табл. 1.

В приведенных в табл. 1 CRMs приписанные значения величин охарактеризованы с точки зрения неопределенности (погрешности) и имеют установленную метрологическую прослеживаемость. Исходя из сертифицированных значений массовой доли индивидуальных фталатов, представленных в материалах ключевых сличениях CCQM-K133, можно сделать вывод, что данные CRMs приготовлены искусственным путем. Такие CRM удобны для пользователя, поскольку содержание большинства фталатов находится в пределах одного порядка. Однако такое содержание не отражает реальную картину присутствия фталатов в материале, поскольку в процессе промышленного производства изделий из ПВХ обычно используется ограниченный набор фталатов [14].

Проведенный авторами анализ сведений, представленных в ФИФ ОЕИ по состоянию на май 2023 г., свидетельствует об отсутствии достаточного количества СО матричного типа с аттестованными значениями массовой доли фталатов в поливинилхлориде с установленной прослеживаемостью к ГПЭ, так необходимых для метрологического обеспечения измерений, касающихся

Таблица 1. CRMs для валидации/верификации методик измерений  
Table 1. CRMs for validation/verification of measurement methods

№ н/п	Производитель	Название сертифицированного референтного материала (CRM)	Номер CRM	Сертифицированное значение, массовая доля, мг/кг
1	NMIJ, Япония	Polyvinyl Chloride (Phthalate Esters in PVC Resin Pellet): – Diethyl Phthalate, – Di-n-butyl phthalate, – Benzyl Butyl Phthalate, – Dicyclohexyl Phthalate, – Di-2-Ethylhexyl Phthalate (Bis(2-ethylhexyl)phthalate)	NMIJ CRM 8152-a	918 ± 57 934 ± 57 897 ± 57 896 ± 54 913 ± 57
2	NIM, Китай	Phthalates in Polyvinyl Chloride – Di-n-butyl phthalate (DBP) – Butylbenzyl phthalate (BBP) – Bis-(2-Ethylhexyl) phthalate (DEHP)	GBW08427	449 ± 32 459 ± 24 894 ± 66
3	SPEX, США	8 Phthalates in PE Diisononyl phthalate (DINP) Diisodecyl phthalate (DIDP) Di-n-butyl phthalate (DBP) Di-n-octyl phthalate (DOP) Diethyl phthalate (DEP) Dimethyl phthalate (DMP) Bis-(2-Ethylhexyl) phthalate (DEHP), Butylbenzyl phthalate (BBP)	CRM PE-001	30000 ± 3630 30000 ± 3630 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363 3000 ± 363
		8 Phthalates in PVC: Diisodecyl phthalate (DIDP) Diisononyl phthalate (DINP) Bis-(2-Ethylhexyl) phthalate (DEHP) Butylbenzyl phthalate (BBP) Diethyl phthalate (DEP) Dimethyl phthalate (DMP) Di-n-butyl phthalate (DBP) Di-n-octyl phthalate (DOP)	CRM PVC-001	30000 ± 3630 30000 ± 3630 3000 ± 363 2970 ± 359 3000 ± 363 3010 ± 364 3000 ± 363 3000 ± 363

безопасности в химической и пищевой промышленности, в автомобилестроении, в медицине и фармакопее и других отраслях.

Контекст применения нового типа СО фталатов в поливинилхлориде значительно шире, поскольку они могут быть использованы для метрологического обеспечения средств измерений в сферах, подлежащих государственному регулированию, а также для признания результатов измерений на международном уровне в соответствии с Соглашением CIPM MRA.

Целью настоящего исследования являлась разработка нового ССО состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида для валидации и/или верификации методик измерений, например,

ГОСТ Р ИСО 14389–2016, ГОСТ Р ИСО 16181–2015, ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021.

В задачи исследования входило следующее: обоснование выбора вещества-кандидата на роль ССО; осуществление входного контроля материала кандидата СО; определение процедуры аттестации СО; установление метрологических характеристик ССО; проведение испытания в целях утверждения типа.

### Материалы и методы

#### Реактивы, растворы и материалы

В качестве материала-кандидата ССО использовался напольный плитус из ПВХ, содержащий ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат.



За основу для сравнения в рамках измерения аттестованной характеристики был взят ГСО 11366–2019.

При выполнении измерений использовали следующие реактивы и расходные материалы: изотопно-меченые аналоги аналитов с изотопной чистотой не хуже 98 %; тетрагидрофуран квалификации ч. д. а; метанол квалификации for gas chromatography MS; гелий газообразный высокой чистоты; стеклянные флаконы с завинчивающимися крышками и инертными прокладками; шприцы с клапаном Luer Lock вместимостью 5 см<sup>3</sup>; фильтры для шприца ПТФЭ размером пор не более 0,22 мкм и др.

### **Оборудование**

Морозильная камера Skadi DF9010GL (Skadi, Китай); мельница, сита размером ячеек 1 мм и 0,5 мм; лабораторный гомогенизатор HM-220VM (HT Machinery, Япония-Тайвань); весы лабораторные (специального) класса точности (Mettler-Toledo GmbH, Швейцария); Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208.

### **Пробоподготовка исходного материала ССО**

В качестве материала кандидата ССО был рассмотрен ряд промышленных изделий из поливинилхлорида (настенные панели, воздуховоды, линолеум и др.). На первом этапе исследования материалов предстояло решить следующие задачи:

- определение перечня и уровней содержания фталатов в исследуемом материале;
- определение полноты растворимости материала;
- определение наличия веществ, мешающих определению фталатов.

Второй этап разработки предполагал получение материала, пригодного к использованию в качестве кандидата ССО (измельчение и гомогенизация). Для улучшения процесса измельчения материал кандидата ССО оставляли в морозильной камере на 24 часа при температуре –60 °С. Замороженный материал помещали в мельницу на 1,5–2 мин, затем измельченный материал просеивали последовательно через сита с размером ячеек 1 мм и 0,5 мм. Гранулы перемешивали при помощи лабораторного гомогенизатора для получения однородного материала.

### **Методы и процедура исследований**

Установление аттестованных характеристик проводили по референтной методике измерений

массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением РМИ ВНИИМ-243-01-2019.

В качестве калибранта средства измерений использовали ГСО 11366–2019 [29].

Все измерения были выполнены на ГЭТ 208.

### **Анализ образцов методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением**

Как было указано выше, в процессе выбора материала были проведены исследования различных коммерческих продуктов, куда в качестве пластификаторов могут быть добавлены фталаты. Пример хроматограммы одного из исследованных материалов (линолеума) приведен на рис. 1.

На рис. 1 видно, что помимо фталата, интересующего автора, на фрагменте масс-хроматограммы по соотношению массы к заряду  $m/z$  149 присутствуют пики не интересующих веществ в количестве, превышающем содержание ДЭГФ. Наличие монопроизводных фталатов не мешает проводить рутинные измерения, однако в качестве кандидата ССО этот материал не представляет практической ценности.

По результатам исследований и в соответствии с основными задачами первого этапа разработки материалом-кандидатом ССО был выбран напольный плитинтус из ПВХ, содержащий ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат.

Характеризацию материала проводили по процедуре, описанной в РМИ ВНИИМ-243-02-2019 [30].

### **Результаты и обсуждение**

#### **Установление метрологических характеристик материала кандидата ССО**

С учетом требований РМГ 93–2015, ГОСТ 8.315–2019, ГОСТ ISO Guide 35–2015 для характеристики СО был выбран способ с использованием референтной методики измерений РМИ ВНИИМ-243-02-2019.

Оценивание однородности материала проводили в соответствии ГОСТ ISO Guide 35–2015, ГОСТ 8.315–2019, РМГ 93–2015. Полученные экспериментальные данные обрабатывали при помощи однофакторного дисперсионного анализа ANOVA. Расчеты были выполнены для каждого исследуемого фталата. Пример расчета однофакторного дисперсионного анализа для дибутылфталата приведен в табл. 2.

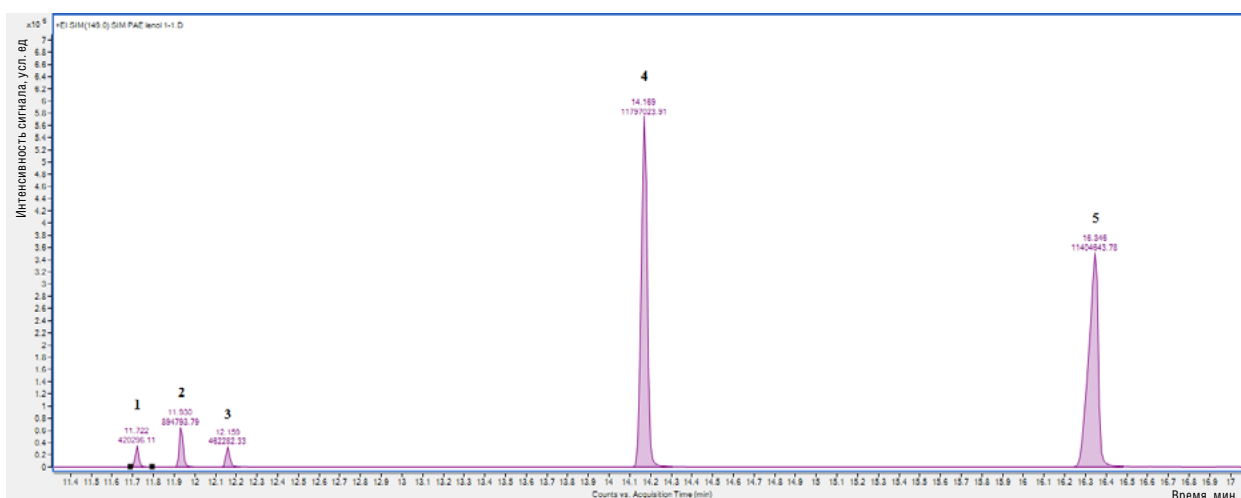


Рис. 1. Фрагмент масс-хроматограммы линолеума (m/z 149): 1, 2, 3 – монобутилфталаты; 4 – моно(2-этилгексил)фталат; 5 – ди(2-этилгексил)фталат

Fig. 1. Fragment of a mass chromatogram of linoleum (m/z 149): 1, 2, 3 – monobutyl phthalates; 4 – mono(2-ethylhexyl)phthalate; 5 – di(2-ethylhexyl)phthalate

Таблица 2. Однофакторный дисперсионный анализ на примере ДБФ

Table 2. One-way analysis of variance on the example of DBP

ИТОГИ

Группы	Счет	Сумма	Среднее	Дисперсия
Строка 1	3	0,169480	0,056493	7,49532E-05
Строка 2	3	0,127386	0,042462	6,76115E-05
Строка 3	3	0,137697	0,045899	0,00030687
Строка 4	3	0,150664	0,050221	3,73082E-05
Строка 5	3	0,150584	0,050195	4,53489E-05
Строка 6	3	0,143864	0,047955	7,14423E-05

Дисперсионный анализ

Источник вариации	SS	df	MS	F	P-значение	F критическое
Между группами	0,0003373	5	6,75E-05	0,67058859	0,65341227	3,105875239
Внутри групп	0,0012071	12	0,000101			
Итого	0,0015443	17				

Статистически значимого изменения за период исследования однородности зафиксировано не было. По результатам исследований был сделан вывод, что партия СО Фт-ВНИИМ–М1 является однородной (для всех фталатов  $F < F_{кр}$ ). Поскольку определение неоднородности материала по сути экспериментально похоже на исследование для установления предела

повторяемости РМИ, то за неопределенность от неоднородности материала можно было принять предел повторяемости РМИ, составляющий 2 %.

Исследование стабильности материала СО осуществляли изохронным способом («метод ускоренного старения»). Учитывая рекомендованный диапазон температур хранения СО Фт-ВНИИМ–М1, исследование изохронной

стабильности проводили при опорной температуре 4 °С и температуре испытаний 54 °С. Продолжительность исследования стабильности  $\tau$  (в сут.) оценивали по формуле

$$\tau = \frac{T}{2^{10 \frac{t_1 - t_0}{10}}}, \quad (1)$$

где  $T$  – предполагаемый срок годности экземпляра ССО, сутки;  $t_0, t_1$  – предполагаемая температура хранения ССО и температура хранения при ускоренном старении 4 °С и 54 °С соответственно.

При фиксированных значениях температуры хранения и исходя из предполагаемого срока годности ССО не менее 3 лет продолжительность исследования стабильности  $\tau$  составила 34 дня. Пример расчета неопределенности от нестабильности материала представлен в табл. 3.

Полученные значения  $\hat{t}$  сравнивали с квантилем распределения Стьюдента (при  $n - 1 = 4$ ,  $t_{0,95}(n - 1) = 2,776$ ) и проверяли выполнение условия неравенства по формуле (2):

$$\hat{t} \leq t_{0,95,(n-1)}. \quad (2)$$

Статистически значимого изменения за период исследования стабильности не обнаружено. По результатам исследований сделан вывод о стабильности ССО Фт-ВНИИМ-М1 при выбранных температурах хранения и транспортирования. Исследование нестабильности материала по сути эксперимента напоминает определение показателя промежуточной прецизионности РМИ – следовательно, неопределенностью от нестабильности материала можно считать показатель промежуточной прецизионности РМИ, который составляет 3%.

По результатам исследований установлен срок годности ССО – 3 года.

Расчет бюджета неопределенности аттестованных характеристик ССО проводили по формуле общего вида

$$u = \sqrt{u_{char}^2 + u_h^2 + u_{stab}^2}, \quad (3)$$

где  $u_{char}$  – относительная стандартная неопределенность от способа аттестации ССО (в %), взятая из метрологических характеристик РМИ;  $u_h$  – относительная стандартная неопределенность от неоднородности ССО (в %), которая в данном случае совпадает с пределом повторяемости РМИ;  $u_{stab}$  – относительная стандартная неопределенность от нестабильности ССО (в %), которая в данном случае совпадает с пределом промежуточной прецизионности РМИ.

Относительную расширенную неопределенность (при  $k = 2$ ) вычисляли по формуле

$$U(w(\rho)_{av}) = 2 \times u. \quad (4)$$

Результаты расчетов обобщены в табл. 4.

Таким образом, значения метрологических характеристик ССО были определены с учетом результатов:

- процедуры характеристики ССО (РМИ);
- исследования однородности материала ССО (показатель повторяемости РМИ);
- исследования стабильности ССО (показатель промежуточной прецизионности РМИ).

Метрологические характеристики аттестованной партии ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде представлены в табл. 5.

### Заключение

Новый ССО состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида был

Таблица 3. Результаты оценивания стандартной неопределенности от нестабильности на примере ДБФ  
Table 3. Results of estimation of standard uncertainty from instability on the example of DBP

№	Старение $t$ , сутки	Результат определения, мг/г		$Sr$	$d_i \times t_i$	$t_i^2$	$Sa$	$a$	$\hat{t}$	$t_{0,95}(n-1)$
		$t = 4 \text{ }^\circ\text{C}$	$t = 54 \text{ }^\circ\text{C}$							
1	1	0,0565	0,0502	0,0063	0,0063	1	0,00013	0,00029	2,192	2,776
2	8	0,0425	0,0393		0,0250	64				
3	19	0,0459	0,0480		0,0391	361				
4	26	0,0502	0,0320		0,47489	676				
5	33	0,0489	0,0520		0,10084	1089				
счет	5				0,64607	2191				

Таблица 4. Бюджет неопределенности аттестованных характеристик фталатов в поливинилхлориде  
Table 4. Uncertainty budget for certified characteristics of phthalates in polyvinyl chloride

№ п/п	Источник неопределенности	Тип оценки*	Относительная стандартная неопределенность, (вклад) %
1	Градуировочная характеристика, $u_{RF}$ – усреднение относительных факторов отклика, $u_{RFki}$ – приготовление градуировочных растворов, $u_{epad}$	A	0,82
		B	0,80
2	Измерение массы навески, $u_{mj}$	B	0,25
3	Измерение массы внутреннего стандарта, $u_{mBC}$	B	0,25
4	Разброс результатов измерений, $u_A$	A	3,0
5	Неоднородность материала (разброс результатов измерений в условиях повторяемости), $u_h$	A	2,0
6	Нестабильность материала (разброс результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности), $u_{stab}$	A	3,0
<b>Относительная суммарная стандартная неопределенность, <math>u_w</math></b>			<b>4,8</b>
<b>Относительная расширенная неопределенность (<math>k = 2</math>), <math>U = 2 \times u_w</math></b>			<b>9,6</b>
<b>Принято</b>			<b>10</b>

Таблица 5. Метрологические характеристики ССО состава раствора фталатов в метаноле  
Table 5. Metrological characteristics of the CRM composition of a solution of phthalates in methanol

Наименование вещества (компонента)	Аттестованное значение массовой доли компонента, мг/г	Относительная расширенная неопределенность $U$ при $k = 2^*$ , %
Ди(н-бутил)фталат	0,046	10
Ди(2-этилгексил)фталат	45,8	

\* Соответствует границам допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения ССО  $\pm \delta$  (в %) при  $P = 0,95$ .

разработан для обеспечения качества измерений при валидации и /или верификации методик измерений, например, ГОСТ Р ИСО 14389–2016, ГОСТ Р ИСО 16181–2015, ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021.

В качестве материала СО был выбран напольный плитус из ПВХ, содержащий ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат. Пробоподготовку материала осуществляли путем измельчения и гомогенизации. Материал СО представляет собой гранулы ПВХ материала размером от 0,5 мм до 1 мм, содержащие ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат, расфасованные по  $(2,0 \pm 0,1)$  г в стеклянные герметично запаенные флаконы номинальным объемом 10 см<sup>3</sup> с этикеткой, упакованные в коробки из картона для потребительской тары. Установление метрологических характеристик материала кандидата ССО проводили с учетом требований

ПМГ 93–2015, ГОСТ 8.315-2019, ГОСТ ISO Guide 35–2015. Аттестованные значения ССО обеспечены метрологической прослеживаемостью к ГЭТ 208 в соответствии с метрологической соподчиненностью по поверочной схеме через ГСО 11366–2019. Нормированные метрологические характеристики ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде следующие: массовая доля ди(н-бутил)фталат – 0,046 мг/г и ди(2-этилгексил)фталат – 45,8 мг/г; относительная расширенная неопределенность при  $k = 2$ ,  $P = 0,95$  равна 10 %. ССО хранится в запаенных флаконах в сухом, защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С, срок годности СО – 3 года.

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в разработке теоретико-методологических подходов к процедуре аттестации матричного

ССО состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде, позволяющих повысить точность проводимых измерений в области аналитической химии на более качественный уровень.

В рамках практической значимости полученных результатов можно говорить о расширении возможностей установления и контроля точности и стабильности градуировочной (калибровочной) характеристики фталатов, содержащих ди(н-бутил)фталат и ди(2-этилгексил)фталат; аттестации методик (методов) измерений и контроля точности результатов измерений; обеспечении метрологической прослеживаемости ССО к соответствующим единицам SI, воспроизводимым на ГЭТ 208.

Разработанный ССО может применяться при решении любых измерительных задач и выполнении различных видов метрологических работ, в т. ч. – метрологического назначения в области полимерной и резинотехнической промышленности, пищевой промышленности, охране окружающей среды и научных исследованиях.

**Благодарности:** Это исследование не получало финансовой поддержки в виде гранта от какой-либо организации государственного, коммерческого или некоммерческого сектора.

Автор выражает благодарность и глубокую признательность д-ру хим. наук Анатолию Ивановичу Крылову за советы и ценные замечания при работе над статьей.

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. *Mijangos C., Calafel I., Santamaría A.* Poly(vinyl chloride), a historical polymer still evolving // *Polymer*. 2023. Vol. 266. P. 125610. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.125610>
2. Fillers for polymer composite materials / *A. K. Mazitova* [et al.] // *Nanotechnologies in Construction*. 2022. Vol. 14, no. 4. P. 294–299. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-4-294-299>
3. *Авдеева Н. М., Амелин В. Г.* Определение фталатов в молоке, молочных продуктах, воде, соках и напитках методом ультравысокоэффективной жидкостной хроматографии/квадрополь-времяпролетной масс-спектрометрии высокого разрешения // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84, № 9. С. 21–27. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-9-21-27>
4. A study on the development of phthalate plasticizers CRM in ABS resin / *J.-S. Jung* [et al.] // *Analytical Science and Technology*. 2012. Т. 25, № 5. С. 273–283. <https://doi.org/10.5806/AST.2012.25.5.273>
5. Поливинилхлорид / *В. М. Ульянов* [и др.]. М.: Химия, 1992. 279 с.
6. *Уилки Ч., Саммерс Д., Даниелс Ч.* ПВХ (Поливинилхлорид). Получение, добавки и наполнители, сополимеры, свойства, переработка / пер. с англ под ред. Г. Е. Заикова. СПб.: Профессия, 2007. 724 с.
7. *Зильберман Е. Н.* Получение и свойства поливинилхлорида. М.: Химия, 1968. 432 с.
8. Основные поливинилхлоридные композиции строительного назначения : монография / *А. К. Мазитова* [и др. ; ред. А. В. Сорокина]. Уфа: УГНТУ, 2013. 110 с.
9. *Шиллер М.* Добавки к ПВХ : состав, свойства, применение / пер. с англ. под ред. Н. Н. Тихонова. СПб.: Профессия, 2017. 398 с.
10. *Цвайфель, Х., Маер, Р., Шиллер, М. Д.* Добавки к полимерам : справочник / пер. с англ. под ред. В. Б. Узденского, А. О. Григорова. СПб.: Профессия, 2010. 1138 с.
11. *Маслова И. П.* Химические добавки к полимерам : справочник. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Химия, 1981. 264 с.
12. *Тиниус К.* Пластификаторы / пер. со 2-го переработ. нем. изд. Г. В. Ткаченко и Э. М. Левиной ; под ред. Е. Б. Тростянской. М.; Л.: Химия, 1964. 915 с.
13. *Björkner B.* Plasticizers and other additives in synthetic polymers // *Handbook of occupational dermatology* / L. Kanerva [et al.] (eds.). Berlin, Heidelberg: Springer, 2000. [https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4\\_85](https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4_85)

**Acknowledgments:** This research did not receive financial support in the form of a grant from any governmental, for-profit, or non-profit organizations.

The author expresses gratitude and deep appreciation to Anatoly I. Krylov, Dr. Sci. (Chem.), for advice and valuable comments while working on this article.

**Конфликт интересов:** Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с содержанием настоящей статьи.

Работа выполнена в рамках диссертационного исследования «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов и диоксинов) в товарах народного потребления и продуктах питания». Научный руководитель: руководитель отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» д-р хим. наук Анатолий Иванович Крылов.

**Conflict of interest:** The authors declare no conflict of interest.

The work was carried out within the framework of the dissertation research “Metrological support of measurements of the content of priority xenobiotics (phthalates and dioxins) in consumer goods and food products.” Scientific supervisor: Anatoliy I. Krylov, Dr. Sci. (Chem.), Head of the department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology.



14. Уилки Ч., Саммерс Д., Даниэлс Ч. ПВХ (Поливинилхлорид). Получение, добавки и наполнители, сополимеры, свойства, переработка / пер. с англ. под ред. Г. Е. Заикова. СПб.: Профессия, 2007. 724 с.
15. Бебых В., Сырку Р., Лазакович Д. Оценка риска здоровью при поступлении фталатов с молочными продуктами в полимерной упаковке // *Arta Medica*. 2021. Т. 79, № 2. С. 31–40. <https://doi.org/10.5281/zenodo.5637063>
16. Сложные эфиры фталевой кислоты в почвах Москвы / Е. С. Бродский [и др.] // *Вестник Московского университета*. 2019. Сер. 17. Почвоведение, № 2. С. 44–48.
17. Приоритетные фталаты в пелагиали и прибрежной зоне оз. Байкал / А. Г. Горшков [и др.] // *Химия в интересах устойчивого развития*. 2017. № 4. С. 375–383. <https://doi.org/10.15372/KhUR20170403>
18. Extraction and GC–MS analysis of phthalate esters in food matrices: a review / M. V. Russo [et al.] // *RSC. Advances*. 2015. Vol. 5, № 46. P. 3702–37043. <https://doi.org/10.1039/C5RA01916H>
19. Fankhauser-Noti A., Biedermann-Brem S., Grob K. PVC plasticizers/additives migrating from the gaskets of metal closures into oily food: Swiss market survey June // *European Food Research and Technology*. 2006. Vol. 223. P. 447–453. <https://doi.org/10.1007/s00217-005-0223-7>
20. Analysis of ortho-phthalates and other plasticizers in select organic and conventional foods in the United States / R. Krithivasan [et al.] // *Journal of Exposure Science & Environmental Epidemiology*. 2023. Vol. 33. P. 778–786. <https://doi.org/10.1038/s41370-023-00596-0>
21. Diverging trends of plasticizers (phthalates and non-phthalates) in indoor and freshwater environments-why? / R. Nagorka [et al.] // *Environmental Sciences Europe*. 2022. Vol. 34, № 46. <https://doi.org/10.1186/s12302-022-00620-4>
22. Obtaining new phthalate plasticizers / G. K. Aminova [et al.] // *Nanotechnologies in Construction*. 2021. Vol. 13, № 6. P. 379–385. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-6-379-385>
23. Оценка риска здоровью при поступлении фталатов с молоком, упакованным в полимерную и полимерсодержащую тару / С. Е. Зеленкин [и др.] // *Анализ риска здоровью*. 2018. № 1. С. 32–38. <https://doi.org/10.21668/health.risk/2018.1.04>
24. Adegunwa A. O., Adegunwa A. K., Oyatoyinbo R. M. Toxicological exposure to phthalates mixtures and human health risk assessment of drinking water and fruit drinks packaged in plastics and tetra pak cartons // *Bulletin of the National Research Centre*. 2022. Vol. 46, № 187. <https://doi.org/10.1186/s42269-022-00878-x>
25. De Bièvre P. Isotope dilution mass spectrometry as a primary method of analysis // *Analytical Proceedings*. 1993. Iss. 8. P. 328–333. <https://doi.org/10.1039/AP9933000328>
26. Milton M. J. T., Quinn T. J. Primary methods for the measurement of amount of substance // *Metrologia*. 2001. Vol. 38, № 4. P. 289. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/38/4/1>
27. ILAC-G12:2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Material Producers / ILAC [website]. URL: [http://www.sadcmnet.org/SADCWaterLab/Archived\\_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf](http://www.sadcmnet.org/SADCWaterLab/Archived_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf)
28. Kaarls R. The consultative committee for metrology in chemistry and biology – CCQM // *Journal of Chemical Metrology*. 2018. Vol. 12, № 4. P. 1–16. <https://doi.org/10.25135/jcm.11.17.12.060>
29. Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов: стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле / А. И. Крылов [и др.] // *Эталоны. Стандартные образцы*. 2021. Т. 17, № 3. С. 5–19. <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>
30. Референтная методика измерений содержания фталатов в полимерных матрицах: аналитические и метрологические подходы / А. И. Крылов [и др.] // *Измерительная техника*. 2022. № 10. С. 64–72. <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-10-64-72>

## REFERENCE

1. Mijangos C., Calafel I., Santamaría A. Poly(vinyl chloride), a historical polymer still evolving. *Polymer*. 2023;(266):125610. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.125610>
2. Mazitova A. K., Zaripov I. I., Aminova G. K. et al. Fillers for polymer composite materials. *Nanotechnologies in Construction*. 2022;14(4):294–299. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2022-14-4-294-299>
3. Avdeeva N. M., Amelin V. G. Determination of phthalates in milk, dairy products, water, juices and beverages using ultrahigh liquid performance chromatography/quadrupole time-of-flight mass spectrometry of high resolution. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*. 2018;84(9):21–27. (In Russ.). <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-9-21-27>
4. Jung J.-S., Park J.-W., Yu S., Kweon S.-I., Hong S.-t., Sun Y. et al. A study on the development of phthalate plasticizers CRM in ABS resin. *Analytical Science and Technology*. 2012;25(5):273–83. <https://doi.org/10.5806/AST.2012.25.5.273>
5. Улианов В. М., Рыбкин Е. П., Гудкович А. Д., Пышин Г. А. Поливинилхлорид. Moscow: Khimiia; 1992. 279 p. (In Russ.).
6. Wilkes C. E., Summers J. W., Daniels C. A. eds. PVC Handbook. Munchen, Cincinnati, OH: Hanser Publications; 2005. 723 p. (Russ. ed.: Wilkes, C. E., Summers, J. W., Daniels, C. A. eds. PVKh (Поливинилхлорид). Poluchenie, dobavki i napolniteli, sopolimery, svoistva, pererabotka. St. Petersburg: Professiya; 2007. 724 p.).
7. Zilberman E. N. Obtaining and polyvinylchloride properties. Moscow: Khimiia; 1968. (In Russ.).
8. Mazitova A. K., Aminova G. K., Nafikova R. F., Deberdeev R. Ya. Basic polyvinylchloride compositions for construction purposes: monograph. Ufa; 2013. 110 p. (In Russ.).
9. Schiller M. PVC Additives: Performance, chemistry, developments, and sustainability. Cincinnati, OH: Hanser Publications, 2015. 414 p. (Russ. ed.: Schiller M. Dobavki k PVKh: sostav, svoistva, primenenie. St. Petersburg: Professiya; 2017. 398 p.).

10. Zweifel H., Maier R., Schiller M. *Plastics additives handbook*. Munchen; Cincinnati, OH: Hanser Gardener Publ., Inc., 2009. 1248 p. (Russ. ed.: Zweifel H., Maier R., Schiller M. *Dobavki k polimeram: spravochnik*. St. Petersburg: Professiya; 2010. 1138 p.)
11. Maslova I. P. *Chemical additives to polymers. Directory*. Moscow: Khimiia; 1981. 264 p. (In Russ.)
12. Tinius K. *Plasticizers* (Russ. ed.: *Plastifikatory*. M.; L.: Khimiia; 1964. 915 p.). (In Russ.)
13. Björkner B. *Plasticizers and other additives in synthetic polymers*. In: Kanerva L., Wahlberg J. E., Elsner P., Maibach H. I. (eds) *Handbook of occupational dermatology*. Berlin, Heidelberg: Springer; 2000. [https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4\\_85](https://doi.org/10.1007/978-3-662-07677-4_85)
14. Wilkes C. E., Summers J. W., Daniels C. A. (eds.) *PVC Handbook*. Munchen, Cincinnati, OH: Hanser Publications; 2005. 723 p. (Russ. ed.: Wilkes C. E., Summers J. W., Daniels C. A. (eds.) *PVKh (Polivinilklorid)*. Poluchenie, dobavki i napolniteli, sopolimery, svoistva, pererabotka. St. Petersburg: Professiya; 2007. 724 p.)
15. Bebykh V, Syrku R, Lazakovich D. Assessment of health risk caused by phthalates penetrating with dairy products in polymer packaging. *Arta Medica*. 2021;79(2):31–40. (In Russ.). <https://doi.org/10.5281/zenodo.5637063>
16. Brodskiy E. S., Shelepchikov A. A., Agapkina G. I., Tikhonova M. O., Paramonova T. A., Lipatov D. N. Content of phthalate esters in soils of Moscow-city. *Vestnik Moskovskogo Universiteta. Seriya 17: Pochvovedenie*. 2019;2:44–48. (In Russ.)
17. Gorshkov A. G., Babenko T. A., Kustova O. V., Izosimova O. N., Shishlyannikov C. M. Priority phthalates in the lake Baikal pelagic zone and coastal area. *Khimiya v Interesakh Ustoichivogo Razvitiya*. 2017;(4):375–383. (In Russ.). <https://doi.org/10.15372/KhUR20170403>
18. Russo M. V., Avino P., Perugini L., Notardonato I. Extraction and GC–MS analysis of phthalate esters in food matrices: a review. *RSC Advances*. 2015. 2015;5(46):3702–37043. <https://doi.org/10.1039/C5RA01916H>
19. Fankhauser-Noti A., Biedermann-Brem S., Grob K. PVC plasticizers/additives migrating from the gaskets of metal closures into oily food: Swiss market survey June. *European Food Research and Technology*. 2006;223:447–453. <https://doi.org/10.1007/s00217-005-0223-7>
20. Krithivasan R., Miller G. Z., Belliveau M. et al. Analysis of ortho-phthalates and other plasticizers in select organic and conventional foods in the United States. *Journal of Exposure Science & Environmental Epidemiology*. 2023;(33):778–786. <https://doi.org/10.1038/s41370-023-00596-0>
21. Nagorka R., Birmili W., Schulze J. et al. Diverging trends of plasticizers (phthalates and non-phthalates) in indoor and freshwater environments-why? *Environmental Sciences Europe*. 2022;34(46). <https://doi.org/10.1186/s12302-022-00620-4>
22. Aminova G. K., Maskova A. R., Yarmukhametova G. U., Gareeva N. B. Obtaining new phthalate plasticizers. *Nanotechnologies in Construction*. 2021;13(6):379–385. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2021-13-6-379-385>
23. Zelenkin S. E., Shur P. Z., Ulanova T. S., Karnazhitskaya T. D., Khoroshavin V. A., Ukhabov V. M. Assessment of health risk caused by phthalates penetrating a body with milk in polymer and polymer-containing package. *Health Risk Analysis*. 2018;(1):32–38. (In Russ.). <https://doi.org/10.21668/health.risk/2018.1.04>
24. Adegunwa A. O., Adegunwa A. K., Oyatoyinbo R. M. Toxicological exposure to phthalates mixtures and human health risk assessment of drinking water and fruit drinks packaged in plastics and tetra pak cartons. *Bulletin of the National Research Centre*. 2022;46(187). <https://doi.org/10.1186/s42269-022-00878-x>
25. De Bièvre P. Isotope dilution mass spectrometry as a primary method of analysis. *Analytical Proceedings*. 1993;(8):328–333. <https://doi.org/10.1039/AP9933000328>
26. Milton M. J. T., Quinn T. J. Primary methods for the measurement of amount of substance. *Metrologia*. 2001;38(4):289. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/38/4/1>
27. ILAC-G12:2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Material Producers. Accessed January 20, 2022. [http://www.sadcmet.org/SADCWaterLab/Archived\\_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf](http://www.sadcmet.org/SADCWaterLab/Archived_Reports/2006%20Reports%20and%20Docs/Ilac-g12.pdf)
28. Kaarls R. The consultative committee for metrology in chemistry and biology – CCQM. *Journal of Chemical Metrology*. 2018;12(4):1–16. <https://doi.org/10.25135/jcm.11.17.12.060>
29. Krylov A. I., Mikheeva A. Y., Budko A. G., Tkachenko I. Yu. Metrological support of phthalate content measurements: reference material for the composition of a solution of six priority phthalates in methanol. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2021;17(3):5–19. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2687-0886-2021-17-3-5-19>
30. Krylov A. I., Budko A. G., Mikheeva A. Y., Nezhikovskiy G. R., Tkachenko I. Y. Reference method for measuring the content of phthalates in polymer matrices: analytical and metrological approaches. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2022;(10):64–72. (In Russ.). <https://doi.org/10.32446/0368-1025it.2022-10-64-72>

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК:

CCQM-K133 Low-polarity analytes in plastics: phthalate esters in polyvinyl chloride (PVC): report B on key comparison, November 2019 // BIPM [website]. URL: <https://www.bipm.org/kcdb/comparison?id=1269>

ГОСТ 33451–2015 Упаковка. Определение содержания диоктилфталата, дибутилфталата методом газовой хроматографии в модельных средах = Packaging. Determination of dioctylphthalate and dibutylphthalate content by gas chromatography method in model media. Минск: Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации, 2015. 11 с.

ГОСТ Р ИСО 14389–2016 Материалы текстильные. Определение содержания фталатов. Метод с применением тетрагидрофурана = Textiles. Determination of the phthalate content. Tetrahydrofuran method. М.: Стандартинформ, 2016. 19 с.

ГОСТ Р ИСО 16181–2015 Обувь. Критические вещества, потенциально присутствующие в обуви и ее деталях. Метод определения содержания фталатов в обувных материалах = Footwear. Critical substances potentially present in footwear and footwear components. Method for determination of phthalates in footwear materials. М.: Стандартинформ, 2015. 8 с.

ГОСТ Р ИСО 8124-6-2021 Безопасность игрушек. Часть 6. Определение содержания некоторых фталатов в игрушках и изделиях для детей = Safety of toys. Part 6. Certain phthalate esters in toys and children's products. М.: Стандартинформ, 2021. 18 с.

ГОСТ ISO Guide 35–2015 Стандартные образцы – Общие и статистические принципы сертификации (аттестации) = Reference materials. General and statistical principles for certification. М.: Стандартинформ, 2016. 61 с.

ГОСТ 8.315–2019 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения = State system for ensuring the uniformity of measurements. Reference materials of composition and properties of substances and materials. Basic principles. М.: Стандартинформ, 2019. 39 с.

ГОС 11366–2019 Стандартный образец утвержденного типа состава раствора эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в метаноле (6Фтлт-ВНИИМ) // Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/19/items/719094>

МР 01.025–07 Газохроматографическое определение диметилфталата, диметилтерефталата, диэтилфталата, дибутилфталата, бутилбензилфталата, бис(2-этилгексил)фталата и диоктилфталата в водных вытяжках из материалов различного состава. М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007. 12 с.

РМГ 93–2015 ГСИ. Оценивание метрологических характеристик стандартных образцов = State system for ensuring the uniformity of measurements. Estimation of metrological characteristics of reference materials. М.: Стандартинформ, 2011. 30 с.

РМИ ВНИИМ 243-02-2019 Референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с изотопным разбавлением// Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/8/items/1257184>

Взаимное признание национальных измерительных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, издаваемых национальными метрологическими институтами : Соглашение CIPM MRA от 14 октября 1999 г. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений : официальный сайт. URL: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/7>

#### **ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ**

**Будко Александра Германовна** – научный сотрудник отдела госэталонов в области органического и неорганического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»  
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
e-mail: [a.g.budko@vniim.ru](mailto:a.g.budko@vniim.ru)  
<https://orcid.org/0000-0002-4288-2916>

#### **INFORMATION ABOUT THE AUTHORS**

**Alexandra G. Budko** – Researcher of the department of state standards in the field of organic and inorganic analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology  
19 Moskovskiy ave., St. Petersburg, 190005, Russia  
e-mail: [a.g.budko@vniim.ru](mailto:a.g.budko@vniim.ru)  
<https://orcid.org/0000-0002-4288-2916>