ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34167— 2017

УПАКОВКА

Определение содержания бенз(а)пирена в модельных средах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 13339
14 июня 2017 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр гигиены»

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 7 июня 2017 г. №99-П)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе СТБ ИСО 17993—2005 «Качество воды. Определение 15-ти полициклических ароматических углеводородов (ПАУ). Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием после экстракции жидкость-жидкость».

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УПАКОВКА
Определение содержания бенз(а)пирена в модельных средах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Packing
Determination of benz(a)pyrene content in the model media
by high-performance liquid chromatography

Дата введения -

Предупреждение – Настоящий стандарт не рассматривает все вопросы безопасности, связанные с его использованием.

Внимание! Испытания, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, должны выполняться персоналом, прошедшим соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение содержания бенз(а)пирена, выделяющегося из образцов упаковки (укупорочных средств) в модельные среды, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне значений от 0,000 005 до 0,000 020 мг/дм^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 490—2006 Добавки пищевые. Кислота молочная Е270. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 [1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

[1)] На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-6—2002.

Издание официальное

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные стандарты заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться действующими взамен стандартами. Если ссылочные стандарты отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **упаковка:** Изделие, которое используется для размещения, защиты, транспортирования, загрузки и разгрузки, доставки и хранения сырья и готовой продукции.

3.2 **контрольная проба:** Проба модельной среды, не содержащей образец.

3.3 **укупорочное средство:** Изделие, предназначенное для укупоривания упаковки и сохранения ее содержимого.

4 Сущность метода

4.1 Метод определения массовой концентрации бенз(а)пирена, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельную среду (дистиллированная вода, 0,3%-ный и 3,0%-ный растворы молочной кислоты), основан на экстракции бенз(а)пирена из полученных вытяжек органическим растворителем, концентрировании полученного экстракта, растворении сухого остатка в объеме подвижной фазы и определении бенз(а)пирена методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением жидкостного хроматографа с флуоресцентным детектором.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Средства измерений, оборудование и лабораторная посуда

5.1.1 Жидкостный хроматограф, оснащенный флуоресцентным детектором и системой обработки данных; диапазон длин волн возбуждения флуоресценции — 200–850 нм, диапазон длин волн эмиссии — 250–900 нм.

5.1.2 Весы лабораторные специального класса точности — по ГОСТ OIML R 76-1, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,000 5 г, с пределом взвешивания 210 г.

5.1.3 Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770.

5.1.4 Ротационный испаритель с вакуумным контроллером.

5.1.5 Цилиндры мерные 3-50-2, 3-100-2, 1-1000-2 — по ГОСТ 1770.

5.1.6 Пипетка 1-1-2-1, 1-1-1-0,5 — по ГОСТ 29227.

5.1.7 Воронка делительная ВД-1-250 — по ГОСТ 25336.

5.1.8 Колба Гр-50-14/23 ТС — по ГОСТ 25336.

5.1.9 Колба коническая Кн-2-100-18 ТХС — по ГОСТ 25336.

5.1.10 Стакан В-1-1000 ТС — по ГОСТ 25336.

5.1.11 Вакуумное устройство для фильтрования растворителей (например, производства Agilent Technologies, США) [1].

5.1.12 Нейлоновые мембранные фильтры с диаметром пор 0,45 мкм (например, производства Agilent Technologies, США) [1].

5.1.13 Колонка хроматографическая длиной 150–250 мм и внутренним диаметром 3,0–4,6 мм, заполненная октадецилсиликагелем С18, зернением 5 мкм (например, колонка хроматографическая Zorbax Eclipse XDB C18, длина 150 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, зернение 5 мкм, материал — силикагель с привитыми группами С18) [2].

---

[1] Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

[2] Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не исключает возможность использования других хроматографических колонок.

5.1.14 Гигрометр-термометр цифровой с диапазоном измерений температуры от 0 °С до плюс 60 °С и абсолютной погрешностью ±0,5 °С, с диапазоном измерений влажности от 0 % до 98 %, с абсолютной погрешностью ±3 % (например, ГТЦ-1) [1].

5.1.15 Барометр-анероид с диапазоном измерений от 80 до 106 кПа, с пределами рабочей допускаемой погрешности ±0,2 кПа (например, БАММ-1) [1].

5.1.16 Электрический вакуумный насос, создающий давление в диапазоне от 0 до 100 кПа.

5.2 Реактивы

5.2.1 Бенз(а)пирен с содержанием основного вещества >99,3 %.

5.2.2 Ацетонитрил для ВЭЖХ.

5.2.3 Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

5.2.4 Гексан для ВЭЖХ.

5.2.5 Кислота молочная пищевая — по ГОСТ 490.

Примечание — Допускается применение аналогичных средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками и показателями качества не хуже, чем у приведенных выше.

6 Требования безопасности

При выполнении анализа и работе с химическими реактивами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.030, а также требования, изложенные в технических документах на используемое оборудование и средства измерений.

Помещение лаборатории должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать допустимые значения по ГОСТ 12.1.005.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и с жидкостным хроматографом. Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха при работе — (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (84,0–106,7) кПа (630–800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха — не более 80 %.

9 Подготовка к проведению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка средств измерений и вспомогательного оборудования, приготовление модельных сред, приготовление градуировочных растворов бенз(а)пирена, приготовление подвижной фазы, установление градуировочной характеристики прибора, подготовка проб к измерениям.

9.1 Подготовка оборудования

9.1.1 Систему жидкостного хроматографа настраивают согласно инструкции по его эксплуатации.

9.1.2 Устанавливают рабочие режимы термостата колонки, детектора, устанавливают расход подвижной фазы.

9.1.3 Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30–40 мин. Условием стабильности является дрейф нулевого сигнала, не превышающий 2 % от шкалы регистрации сигнала при чувствительности, соответствующей минимально определяемой массовой концентрации.

[1] Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

Если результаты стабилизации не удовлетворяют установленным величинам, необходимо выявить и устранить причины.

9.2 Приготовление растворов

9.2.1 Основной раствор бенз(а)пирена с массовой концентрацией 100 мкг/см^3

Взвешивают навеску бенз(а)пирена массой около 0,010 0 г с точностью 0,000 5 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в небольшом количестве ацетонитрила и доводят ацетонитрилом до метки. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию бенз(а)пирена в растворе C, мкг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m \times p \times 10^6}{V}, \quad (1)$$

где m — масса навески бенз(а)пирена, г;
p — содержание бенз(а)пирена в долях единицы;
V — вместимость мерной колбы, см^3;
10^6 — коэффициент пересчета граммов в микрограммы.

Массовую концентрацию рассчитывают до третьего знака после запятой и округляют до второго знака после запятой.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 6 мес.

9.2.2 Рабочий раствор № 1 с массовой концентрацией бенз(а)пирена 5,0 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100,0 см^3 вносят 5,0 см^3 основного раствора бенз(а)пирена с массовой концентрацией 100,0 мкг/см^3 и доводят до метки ацетонитрилом.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 6 мес.

9.2.3 Рабочий раствор № 2 с массовой концентрацией бенз(а)пирена 0,05 мкг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1,0 см^3 рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией 5,0 мкг/см^3 и доводят до метки ацетонитрилом.

Раствор хранят в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 6 мес.

9.2.4 Приготовление градуировочных растворов бенз(а)пирена

Для получения серии градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0,50; 0,80; 1,00; 1,50; 2,00 см^3 рабочего раствора № 2. Объем растворов доводят до 50 см^3 ацетонитрилом. Получают серию градуировочных растворов с массовыми концентрациями бенз(а)пирена: 0,000 5 мкг/см^3; 0,000 8 мкг/см^3; 0,001 мкг/см^3; 0,001 5 мкг/см^3; 0,002 мкг/см^3.

Растворы хранят в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение двух недель.

Хроматографирование градуировочных растворов бенз(а)пирена выполняют в условиях, указанных в 10.2.

9.2.5 Приготовление подвижной фазы

В стеклянном стакане вместимостью 1 дм^3 смешивают ацетонитрил и дистиллированную воду в соотношении 98 : 2 по объему. Полученный элюент фильтруют с помощью вакуумного устройства для фильтрования растворителей через нейлоновый мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

9.2.6 Приготовление модельных сред

9.2.6.1 Раствор молочной кислоты с массовой долей 0,3 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 0,63 см^3 молочной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

9.2.6.2 Раствор молочной кислоты с массовой долей 3 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 6,3 см^3 молочной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

9.3 Установление градуировочной характеристики

9.3.1 Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади хроматографического пика от массовой концентрации бенз(а)пирена в каждом градуировочном растворе, устанавливают по трем сериям из пяти растворов.

Каждый градуировочный раствор хроматографируют не менее двух раз, начиная с раствора с наименьшей концентрацией.

Расчет градуировочной зависимости площади пиков бенз(а)пирена от массовой концентрации проводят с применением программного обеспечения прибора.

Градуировочный график представляет собой линейную зависимость площади пика от массовой концентрации бенз(а)пирена в диапазоне от 0,000 5 до 0,002 мкг/см^3 и имеет вид Y = bx.

Градуировку проводят не реже чем один раз в квартал, а также после ремонта оборудования, при смене колонки, реактивов и других вспомогательных материалов.

Время выхода бенз(а)пирена определяют при хроматографировании градуировочных растворов.

9.3.2 Контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляют каждый раз перед началом измерений по градуировочному раствору с массовой концентрацией бенз(а)пирена 0,000 5 мкг/см^3. Относительное расхождение между измеренной массовой концентрацией в градуировочном растворе и его фактической концентрацией, выраженное в процентах, не должно превышать значение норматива стабильности градуировочного графика, который составляет 3,0 %.

В противном случае необходимо построение нового градуировочного графика не менее чем по пяти точкам.

9.4 Подготовка проб к измерениям

Образец упаковки (укупорочных средств) при необходимости очищают от загрязнений, которые могут быть на поверхности, путем погружения его последовательно в две емкости с дистиллированной водой. Затем испытуемый образец упаковки (укупорочного средства) помещают в стеклянную емкость с модельной средой.

Соотношение площади поверхности испытуемого образца (с учетом площади всех его поверхностей) и объема модельной среды должно составлять 2 : 1.

При проведении испытания образца упаковки (укупорочных средств), изготовленного из комбинированных материалов, определение проводится только из слоя, непосредственно контактирующего с упаковываемой продукцией.

Продолжительность контакта испытуемого образца с модельной средой, а также температурный режим устанавливают в соответствии с требованиями [1] и/или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Контрольную пробу (модельную среду без образца) выдерживают в условиях, аналогичных с испытуемыми образцами.

При наличии в модельных средах, контактировавших с образцом, изменения прозрачности и цвета данный образец не подлежит дальнейшему испытанию; данные об изменении прозрачности и цвета заносят в протокол испытания.

10 Проведение измерений

10.1 Отбирают по 100 см^3 анализируемой пробы и контрольной пробы. Бенз(а)пирен извлекают двумя порциями гексана по 10 см^3, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 3 мин. Экстракты объединяют и упаривают в грушевидной колбе вместимостью 50 см^3 на ротационном испарителе при температуре 40 °С до 0,3–0,5 см^3, далее пробу отдувают досуха в токе воздуха.

Сухой остаток в грушевидной колбе растворяют в 1 см^3 подвижной фазы. Аликвоту раствора анализируют при условиях хроматографирования, указанных в 10.2. Каждую аликвоту раствора хроматографируют дважды.

Предварительно хроматографируют контрольную пробу (модельную среду без образца).

Идентификацию пика бенз(а)пирена проводят по времени удерживания, которое устанавливают при хроматографировании градуировочных растворов.

10.2 Условия хроматографирования подбирают в зависимости от вида применяемого жидкостного хроматографа и хроматографической колонки.

При использовании жидкостного хроматографа ThermoScientific (США) и колонки Zorbax EclipseXDB C18 (см. 5.1.13) следующие условия хроматографирования являются наиболее подходящими:

- объем вводимой пробы — 10–20 мм^3;
- температура колонки — 35 °С;
- скорость подвижной фазы — 0,9 см^3/мин;
- состав подвижной фазы — ацетонитрил : вода (98 : 2);
- ориентировочное время удерживания бенз(а)пирена — (4,2 ± 0,2) мин;
- детектор — флуоресцентный;
- длина волны возбуждения — 290 нм;
- длина волны испускания — 430 нм.

В зависимости от применяемого жидкостного хроматографа и хроматографической колонки и для улучшения разделения пика бенз(а)пирена от посторонних пиков допускается изменение температуры колонки, скорости подвижной фазы, объема вводимой пробы. Объем вводимой пробы зависит от чувствительности детектора.

11 Обработка результатов

Массовую концентрацию бенз(а)пирена в растворе C_x рассчитывают по установленной в 9.3 градуировочной зависимости с использованием программного обеспечения прибора.

Массовую концентрацию бенз(а)пирена, выделяемого из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, $X_{пр}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_{пр} = \frac{C_x \times V}{V_1} - \frac{C_к \times V}{V_1}, \quad (2)$$

где C_x — среднеарифметическое значение массовой концентрации бенз(а)пирена в соответствии с 10.1, найденное по соответствующему градуировочному графику, мкг/см^3;

$C_к$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации бенз(а)пирена в контрольной пробе, найденное по градуировочному графику, мкг/см^3;

V — объем пробы, взятой для анализа, см^3 (100 см^3);

V_1 — объем аликвоты, подготовленной для хроматографирования, см^3 (1 см^3).

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовых концентраций бенз(а)пирена, рассчитанное до седьмого десятичного знака и округленное до шестого десятичного знака, если выполнено условие приемлемости по 13.2:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (3)$$

где X_1, X_2 — среднеарифметическое значение массовых концентраций бенз(а)пирена в двух параллельных вытяжках из одного образца упаковки (укупорочного средства), мг/дм^3.

12 Оформление результатов измерений

Окончательный результат измерения массовой концентрации бенз(а)пирена, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, представляют в следующем виде:

$$\overline{X} \pm U(X), \text{ мг/дм}^3, k = 2, P = 95\ \%, \quad (4)$$

где $U(X)$ — абсолютное значение максимальной расширенной неопределенности результата измерений $\overline{X}$, мг/дм^3, рассчитанное по формуле

$$U(X) = U \times 0{,}01 \times \overline{X}, \quad (5)$$

где U — относительное значение максимальной расширенной неопределенности;

0,01 — коэффициент пересчета из процентов в доли единицы.

За отсутствие принимается массовая концентрация бенз(а)пирена, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельную среду, менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (0,000 005 мг/дм^3).

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Метрологические характеристики метода

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и промежуточной прецизионности метода

Наименование вещества (модельная среда)	Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Максимальная расширенная неопределенность, %
Бенз(а)пирен (дистиллированная вода)	От 0,000 005 до 0,000 020	26	32	36

Окончание таблицы 1

Наименование вещества (модельная среда)	Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Максимальная расширенная неопределенность, %
Бенз(а)пирен (0,3%-ная молочная кислота)		30	37	36
Бенз(а)пирен (3,0%-ная молочная кислота)		34	37	37

13.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовой концентрации бенз(а)пирена, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Повторяемость метода измерений должна быть подтверждена оценкой результатов испытаний идентичных образцов упаковки (укупорочного средства) в условиях повторяемости, т. е. расхождение между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях испытания на идентичном испытуемом образце.

Если абсолютное значение разности между результатами двух параллельных измерений не превышает пределов повторяемости для двух параллельных измерений, то все результаты параллельных измерений признаются приемлемыми и конечный результат измерений является их средним арифметическим значением:

$$\frac{|X_1 - X_2| \times 100}{\overline{X}} \le r, \qquad (6)$$

где X_1, X_2 — значение двух определений массовых концентраций бенз(а)пирена в условиях повторяемости, мг/дм^3;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений;

r — предел повторяемости для двух параллельных измерений, значение которого приведено в таблице 1, %.

При невыполнении условия (6) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля повторяемости.

13.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

Проверку приемлемости результатов измерений массовой концентрации бенз(а)пирена, полученных в условиях промежуточной прецизионности, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Значение абсолютной разности между двумя результатами определения массовых концентраций бенз(а)пирена, полученных в условиях промежуточной прецизионности, не должно превышать предел промежуточной прецизионности.

Результаты измерений, проведенных в условиях промежуточной прецизионности, считают приемлемыми при условии

$$\frac{|X_1 - X_2| \times 100}{\overline{X}} \le r_{I(TO)}, \qquad (7)$$

где $r_{I(TO)}$ — предел промежуточной прецизионности, значение которого приведено в таблице 1, %;

X_1, X_2 — значения двух определений массовых концентраций бенз(а)пирена, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мг/дм^3;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, мг/дм^3.

При невыполнении условия (7) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля промежуточной прецизионности.

14 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образца упаковки (укупорочного средства);

c) информацию, касающуюся подготовки проб к измерениям в соответствии с 9.4;

d) массовую концентрацию бенз(а)пирена, рассчитанную и выраженную в соответствии с разделом 11, или указание об отсутствии бенз(а)пирена в образце;

e) запись об изменении прозрачности и цвета и о прекращении испытания (при необходимости);

f) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

Библиография

[1] ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки (приложение 2)

УДК 621.798.08:543.544.5.068.7(083.74)(476) МКС **71.040.99**; 55.020

Ключевые слова: упаковка, укупорочное средство, высокоэффективная жидкостная хроматография, бенз(а)пирен