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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34169— 2017

# УПАКОВКА

## Определение содержания ε-капролактама в модельных средах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 13341
14 июня 2017 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

# 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 ГОСТ 30351—2001 «Полиамиды, волокна, ткани, пленки полиамидные. Определение массовой доли остаточных капролактама и низкомолекулярных соединений и их концентрации миграции в воду. Методы жидкостной и газожидкостной хроматографии»

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.

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

# УПАКОВКА
# Определение содержания ε-капролактама в модельных средах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Packing
Determination of ε-caprolactam 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 метод определения содержания ε-капролактама, выделяющегося из образцов упаковки (укупорочных средств) в модельные среды методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне значений от 0,25 до 1,00 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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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 * Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7850—2013 Капролактам. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24861—2005 Шприцы инъекционные однократного применения. Общие технические условия

* На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-6—2002.

**Издание официальное**

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

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

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

## 4 Сущность метода

4.1 Метод основан на определении ε-капролактама, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды (дистиллированная вода, раствор молочной кислоты с массовой долей 3 %, раствор хлорида натрия с массовой долей 5 %, раствор уксусной кислоты с массовой долей 2 %) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением жидкостного хроматографа с диодно-матричным детектором.

## 5 Реактивы и оборудование

### 5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и лабораторная посуда

5.1.1 Хроматограф жидкостный, оснащенный диодно-матричным детектором; диапазон длин волн регистрации спектров и сигналов — 190–640 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, 2-250-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770.

5.1.4 Цилиндры 3-100-2, 4-1000-2 — по ГОСТ 1770.

5.1.5 Пипетки 1-1-2-5, 1-1-2-1 — по ГОСТ 29227.

5.1.6 Колонка хроматографическая для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) длиной 50–250 мм и внутренним диаметром 3,0–4,6 мм, заполненная октадецилсиликагелем С18, зернением 1,8–5 мкм (например, колонка хроматографическая Poroshell 120 EC-C18, длина 50 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, зернение 2,7 мкм, материал — пористая оболочка из силикагеля с привитыми группами С18) [1)].

5.1.7 Шприцевый мембранный фильтр с размером пор 0,2 мкм, диаметром 15 мм (например, Chromafil RC-20/15 MS) [2)].

5.1.8 Шприц инъекционный однократного применения — по ГОСТ 24861.

5.1.9 Колба грушевидная Гр-50 — по ГОСТ 19908.

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

5.1.11 Вакуумное устройство для фильтрования растворителей (например, производства Agilent Technologies, США) [2)].

5.1.12 Нейлоновые мембранные фильтры с диаметром пор 0,45 мкм (например, производства Agilent Technologies, США) [2)].

5.1.13 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) [2)].

[1)] Данная информация является рекомендуемой, приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность использования других хроматографических колонок.

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

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

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

### 5.2 Реактивы

5.2.1 ε-капролактам высшего сорта — по ГОСТ 7850.

5.2.2 Метанол для ВЭЖХ.

5.2.3 Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

5.2.4 Натрий хлористый — по ГОСТ 4233, х. ч.

5.2.5 Кислота уксусная — по ГОСТ 61, х. ч.

5.2.6 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 измерительного и вспомогательного оборудования, приготовление модельных сред, приготовление градуировочных растворов ε-капролактама, приготовление подвижной фазы, установление градуировочной характеристики прибора, подготовка проб к измерениям.

### 9.1 Подготовка измерительного 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.

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

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

**9.2 Приготовление растворов**

**9.2.1 Основной раствор с массовой концентрацией ε-капролактама 100 мкг/см$^3$**

Взвешивают навеску ε-капролактама около 0,01 г с точностью до 0,000 5 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки тем же растворителем. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию ε-капролактама в растворе $C$, мкг/см$^3$, рассчитывают по формуле

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

где $m$ — масса навески ε-капролактама, г;

$p$ — содержание ε-капролактама 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 стабилен при хранении в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 6 мес.

**9.2.2 Рабочий раствор с массовой концентрацией ε-капролактама 10,0 мкг/см$^3$**

В мерную колбу вместимостью 50 см$^3$ вносят 5,0 см$^3$ основного раствора массовой концентрацией 100,0 мг/см$^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

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

**9.2.3 Приготовление градуировочных растворов ε-капролактама**

Для получения серии градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 50 см$^3$ вносят 1,25; 2,00; 2,50; 4,00; 5,00 см$^3$ рабочего раствора ε-капролактама. Объем раствора доводят до 50 см$^3$ дистиллированной водой. Получают серию градуировочных растворов с массовыми концентрациями ε-капролактама: 0,25 мкг/см$^3$, 0,40 мкг/см$^3$, 0,50 мкг/см$^3$, 0,80 мкг/см$^3$, 1,00 мкг/см$^3$. В качестве контрольного раствора используют дистиллированную воду.

Растворы стабильны при хранении в колбах с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 2 нед.

Хроматографирование градуировочных растворов ε-капролактама выполняют в условиях, указанных в 10.2.

**9.2.4 Приготовление подвижной фазы**

В стеклянном стакане вместимостью 1 дм$^3$ смешивают метанол и дистиллированную воду в соотношении 20 : 80 по объему. Полученный элюент фильтруют с помощью вакуумного устройства для фильтрования растворителей через нейлоновый мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

**9.2.5 Приготовление модельных сред**

**9.2.5.1 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.

**9.2.5.2 Раствор уксусной кислоты с массовой долей 2 %**

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ вносят 2 г уксусной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

**9.2.5.3 Приготовление раствора хлорида натрия с массовой долей 5 %**

В мерную колбу вместимостью 100 см$^3$ вносят 5 г хлорида натрия, приливают 20 см$^3$ дистиллированной воды, перемешивают и после полного растворения хлорида натрия доводят объем полученного раствора этим же растворителем до метки.

**9.3 Установление градуировочной характеристики**

**9.3.1 Построение градуировочного графика**

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади хроматографического пика от массовой концентрации ε-капролактама в каждом градуировочном растворе, устанавливают по трем сериям из пяти растворов.

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

Расчет градуировочной зависимости площади пиков ε-капролактама от массовой концентрации проводят с применением программного обеспечения хроматографа.

Градуировочный график представляет собой линейную зависимость площади пика от массовой концентрации ε-капролактама в диапазоне от 0,25 до 1,00 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 ε-капролактама 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 ε-капролактама 0,40 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, которое составляет 11,1 %.

В противном случае необходимо провести 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.

Для проведения испытания готовят две параллельные вытяжки в каждую модельную среду.

Контрольную пробу 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 заносятся в протокол испытания.

## 10 Проведение измерений

10.1 Полученную вытяжку модельной среды соответствующего наименования объемом 1 см$^3$ пропускают через шприцевый мембранный фильтр с размером пор 0,2 мкм, диаметром 15 мм и хроматографируют дважды в условиях, указанных в 10.2.

Предварительно хроматографируют контрольную пробу (модельную среду без образца).

Идентификацию пика ε-капролактама проводят по времени удерживания, которое устанавливают при хроматографировании градуировочных растворов.

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

При использовании жидкостного хроматографа Agilent 1200 и колонки Poroshell 120 EC-C18 (см. 5.1.6) наиболее подходящими являются следующие условия хроматографирования:

- объем вводимой пробы — 5–10 мм$^3$;
- температура колонки — 20 °С;
- скорость подвижной фазы — 0,4 см$^3$/мин;
- состав подвижной фазы метанол : вода — 20 : 80;
- ориентировочное время удерживания ε-капролактама — (5,1 ± 0,2) мин;
- детектор — диодноматричный;
- длина волны измерения — 210 нм.

В зависимости от применяемого жидкостного хроматографа и хроматографической колонки допускается изменение температуры колонки, скорости подвижной фазы, объема вводимой пробы. Объем вводимой пробы зависит от чувствительности детектора.

## 11 Обработка результатов

Массовую концентрацию ε-капролактама, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, $X$, мг/дм$^3$, определяют по градуировочному графику с использованием программного обеспечения прибора.

Если при измерении контрольной пробы обнаружено присутствие пика ε-капролактама, то значение его массовой концентрации в контрольной пробе вычитают из значения массовой концентрации ε-капролактама в анализируемом образце.

За результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовых концентраций ε-капролактама, рассчитанное до третьего десятичного знака, с округлением до второго десятичного знака, если выполнено условие приемлемости по 13.2

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

где $X_1$, $X_2$ — среднеарифметическое значение массовых концентраций ε-капролактама в двух параллельных вытяжках из одного образца упаковки (укупорочного средства), мг/дм$^3$.

## 12 Оформление результатов измерений

Окончательный результат измерения массовой концентрации ε-капролактама, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, представляют в следующем виде:

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

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

$$U(X) = U \times 0{,}01 \times \overline{X}, \quad (4)$$

где $U$ — относительное значение максимальной расширенной неопределенности, приведенное в таблице 1, %;

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

За отсутствие принимается массовая концентрация ε-капролактама, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в модельную среду, менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. раздел 1).

## 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 при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

| Наименование вещества | Диапазон измерений, мг/м$^3$ | Предел повторяемости $r$, % | Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, % | Максимальная расширенная неопределенность, % |
|---|---|---|---|---|
| ε-капролактам | 0,25–1,00 | 16 | 18 | 36 |

### 13.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовых концентраций ε-капролактама, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Повторяемость метода измерений должна быть подтверждена оценкой результатов испытаний идентичных образцов упаковки (укупорочных средств) в условиях повторяемости, т. е. разность 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

$$\frac{|X_1 - X_2| \times 100}{\overline{X}} \le r, \quad (5)$$

где $X_1, X_2$ — значение результатов параллельных определений массовых концентраций ε-капролактама в условиях повторяемости, мг/дм$^3$;

$r$ — относительное значение предела повторяемости для двух параллельных измерений в условиях повторяемости, приведенное в таблице 1, %;

0,01 — коэффициент пересчета процентов в доли единицы;

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

При невыполнении условия (5) 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 ε-капролактама, выделяющегося из упаковки (укупорочного средства) в модельные среды, полученные в условиях промежуточной прецизионности, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Значение абсолютной разности между двумя результатами определений массовой концентрации ε-капролактама, полученными в условиях промежуточной прецизионности, не должно превышать абсолютное значение предела промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$

$$\frac{|X_1 - X_2| \times 100}{\overline{X}} \le r_{I(TO)}, \quad (6)$$

где $X_1, X_2$ — результаты двух определений массовой концентрации ε-капролактама, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мг/дм$^3$;

$r_{I(TO)}$ — относительное значение предела промежуточной прецизионности, приведенное в таблице 1, %;

0,01 — коэффициент пересчета процентов в доли единицы;

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

При невыполнении условия (6) 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) значение массовой концентрации ε-капролактама, рассчитанное и выраженное в соответствии с разделом 11, или указание об отсутствии ε-капролактама;

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, ε-капролактам

gost.e-ecolog.ru