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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33448— 2015

УПАКОВКА

Определение содержания ацетальдегида и ацетона методом газовой хроматографии в модельных средах

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 11352
1 сентября 2015 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 Государственным учреждением «Республиканский 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 27 августа 2015 г. № 79-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
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 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 ацетальдегида и ацетона методом газовой хроматографии в модельных средах

Packaging
Determination of acetaldehyde and acetone content by gas chromatography method in model media

Дата введения —

Предупреждение — Лица, применяющие настоящий стандарт, должны знать обычные лабораторные методы. В настоящем стандарте не рассматриваются все вопросы безопасности, связанные с его применением. Пользователь несет всю ответственность за принятие соответствующих мер безопасности и охраны здоровья, а также обеспечение соответствия всем национальным требованиям.

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения концентраций ацетона и ацетальдегида, выделяющихся из упаковки в модельные среды, имитирующие пищевые продукты, в диапазоне концентраций для ацетона 0,05–0,20 мг/дм^3 и 0,10–0,40 мг/дм^3 для ацетальдегида методом газовой хроматографии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее — ТНПА):

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

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 [1] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 [2] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющими (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА 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 термины по ГОСТ ИСО 5725-1, а также 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 **точность**: Близость результата испытаний к принятому эталонному значению величины.

Примечание — Термин «точность», когда он относится к серии наблюдаемых значений, описывает сумму составляющих случайной погрешности и общих составляющих систематической погрешности. Точность включает правильность и прецизионность.

3.3 **градуировочный раствор**: Раствор, используемый для построения градуировочного графика.

3.4 **линейность**: Пропорциональная зависимость между измеряемым содержанием определяемого компонента и аналитическим сигналом средства измерения выбранного метода.

Примечание — Линейная зависимость должна быть определена в пределах диапазона применения метода измерений.

3.5 **прецизионность**: Близость между независимыми результатами испытаний, полученными при определенных принятых условиях.

Примечание — Прецизионность зависит только от распределения случайных ошибок и не связана ни с истинным, ни с заданным значением.

3.6 **воспроизводимость**: Прецизионность в условиях воспроизводимости.

3.7 **условия воспроизводимости**: Условия, при которых результаты испытаний получены одним и тем же методом на идентичных образцах испытаний в различных лабораториях, разными операторами с использованием различного оборудования.

3.8 **предел воспроизводимости *R***: Такое значение, что абсолютная разность между двумя результатами испытаний, полученными в условиях воспроизводимости, будет ожидаться меньше его или равной ему с вероятностью 95 %.

3.9 **повторяемость**: Прецизионность в условиях повторяемости.

3.10 **условия повторяемости**: Условия, при которых независимые результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования и за короткий интервал времени.

3.11 **предел повторяемости *r***: Такое значение, что абсолютная разность между двумя результатами испытаний, полученных в условиях повторяемости, будет ожидаться меньше его или равной ему с вероятностью 95 %.

4 Принцип метода

Измерение концентраций ацетона и ацетальдегида, выделяющихся из упаковки в модельные среды, имитирующие пищевые продукты, основано на реакции взаимодействия ацетона и ацетальдегида с 2,4-динитрофенилгидразином (2,4-ДНФГ) в кислой среде, экстракции образовавшихся 2,4-динитрофенилгидразонов ацетона и ацетальдегида толуолом и хроматографировании полученных толуольных экстрактов на приборе с детектором по электронному захвату.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Реактивы

Все реактивы должны иметь соответствующую степень чистоты и подходить для данного метода.

5.1.1 Ацетальдегид, с содержанием основного вещества не менее 99,0 % MERCK, Germany.

5.1.2 Ацетон по ГОСТ 2603, с содержанием основного вещества не менее 99,5 %

5.1.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., 2 н-раствор.

5.1.4 2,4-динитрофенилгидразин (2,4-ДНФГ), ч.

Раствор 2,4-ДНФГ с массовой долей 0,02 % в 2 н-растворе соляной кислоты.

5.1.5 Толуол, по ГОСТ 5789, ч. д. а.

5.1.6 Азот газообразный по ГОСТ 9293, о. с. ч., с объемным содержанием вещества не менее 99,9 об. %.

5.1.7 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.2 Оборудование

5.2.1 Хроматограф газовый, оснащенный капиллярной колонкой и детектором по электронному захвату.

5.2.2 Капиллярная колонка из кварцевого стекла со следующими свойствами: неподвижная фаза HP-5, длиной 30 м, диаметром 0,53 мм, толщиной слоя — 5 мкм.

5.2.3 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более +0,0001 г.

5.2.4 Микрошприц МШ-10 вместимостью 0,01 $см^3$, погрешность дозирования ±1 % номинального объема.

5.2.5 Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2-50-2, 2-100-2.

5.2.6 Колбы конические по ГОСТ 1770, 2-250.

5.2.7 Пробирки по ГОСТ 1770, вместимостью 15 $см^3$, 2-15-14/23.

5.2.8 Пипетки градуированные по ГОСТ 29227, 1-1-2-1,1-1-2-5,1-1-2-10.

5.2.9 Горизонтальный встряхиватель IKA HS/KS 260 basic, 0–300 дв/мин.

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

6 Требования безопасности

При выполнении анализа необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по 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 соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004, оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

7 Условия выполнения измерений

При приготовлении модельных растворов и вытяжек на их основе, а также выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха при работе — (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (84,0–106,7) кПа (630–800 мм ртутного столба);
- влажность воздуха — не более 80 % при температуре 25 °С.

8 Методика измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка измерительной и вспомогательной аппаратуры, приготовление градуировочных растворов ацетона и ацетальдегида, построение градуировочного графика.

8.1 Подготовка измерительной аппаратуры

8.1.1 Систему газового хроматографа настраивают согласно инструкции по эксплуатации.

8.1.2 Устанавливают рабочие режимы для термостата детектора, термостата испарителя и термостата колонки, устанавливают расход газа-носителя.

8.1.3 Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30–40 мин. Регулярно контролируют шум и дрейф нулевой линии на соответствие спецификации изготовителя.

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

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление раствора 2,4-ДНФГ с массовой долей 0,02% в 2 н-растворе соляной кислоты

0,02 г 2,4-ДНФГ растворяют в 100 см^3 2 н-раствора соляной кислоты в конической колбе вместимостью 250 см^3 при интенсивном перемешивании на встряхивателе в течение 30 мин.

8.2.2 Приготовление 2 н-раствора кислоты соляной

Раствор 170,6 см^3 кислоты соляной с массовой долей 36 % разбавляют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.3 Приготовление градуировочных растворов ацетона и ацетальдегида

8.3.1 Исходные градуировочные растворы ацетона и ацетальдегида

Мерную колбу вместимостью 50 см^3 с 10–15 см^3 модельной среды взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,00015 г, используя пипетку вместимостью 1 см^3 или стеклянный капилляр, вносят в нее несколько капель ацетона (ацетальдегида) — приблизительно 0,2 см^3. Колбу заново взвешивают с той же точностью. Раствор в колбе доводят до метки соответствующей модельной средой, рассчитывают точную концентрацию ацетона (ацетальдегида) в растворе С, мкг/см^3, по формуле

$$C = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^6}{V}, \quad (1)$$

где m_1 — масса колбы с модельной средой без вещества, г;

m_2 — масса колбы с модельной средой и веществом, г;

V — вместимость мерной колбы, см^3.

Исходный градуировочный раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение 1 мес.

8.3.2 Рабочий градуировочный раствор с концентрацией ацетона и ацетальдегида 1 мкг/см^3

Рабочий градуировочный раствор с концентрацией ацетона и ацетальдегида 1 мкг/см^3 готовят из исходного градуировочного раствора (8.2.1), объем которого ($V_{ацетона}/V_{ацетальдегида}$) рассчитывают по формуле:

$$V_{ацетона}/V_{ацетальдегида} = \frac{1,0 \cdot 250}{C}, \quad (2)$$

где 1,0 — заданная концентрация, мкг/см^3;

250 — вместимость мерной колбы, см^3;

С — точная концентрация исходного раствора, мкг/см^3.

Рассчитанный объем исходного раствора ($V_{ацетона}/V_{ацетальдегида}$) пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, объем в колбе доводят до метки соответствующей модельной средой. Растворы устойчивы в течение 2 дней в холодильнике.

8.3.3 Приготовление градуировочных растворов ацетона

0,5; 0,75; 1,0; 1,5 и 2,0 см^3 рабочего градуировочного раствора ацетона с концентрацией 1,0 мкг/см^3 (8.3.2) вносят в пробирки, а затем их содержимое доводят соответствующей модельной средой до 10 см^3. Концентрация ацетона в полученных растворах составляет соответственно 0,05; 0,075; 0,1; 0,15 и 0,2 мкг/см^3.

Растворы устойчивы в течение 2 дней в холодильнике.

8.3.4 Приготовление градуировочных растворов ацетальдегида

1,0; 1,5; 2,0; 3,0 и 4,0 см^3 рабочего градуировочного раствора ацетальдегида с концентрацией 1,0 мкг/см^3 (8.3.2) вносят пипеткой в градуировочные пробирки вместимостью 15 см^3, а затем их содержимое доводят соответствующей модельной средой до 10 см^3. Концентрация ацетальдегида в полученных растворах составляет соответственно 0,1; 0,15; 0,2; 0,30 и 0,40 мкг/см^3.

Растворы устойчивы в течение 2 дней в холодильнике.

8.4 Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади хроматографического пика от концентрации вещества в экстракте, устанавливают по трем сериям из пяти растворов для каждой модельной среды по всему диапазону определяемых концентраций.

Хроматографирование каждого градуировочного раствора проводят дважды.

Для построения градуировочного графика измеряют площади полученных пиков 2,4-динитрофенилгидразонов ацетона и ацетальдегида, соответствующих концентрациям ацетона и ацетальдегида в приготовленных градуировочных растворах, затем вычитают площадь пика контрольного раствора соответствующей модельной среды из площади пика градуировочного раствора, как для ацетона, так и для ацетальдегида.

Расчет градуировочного графика зависимости площади пиков 2,4-динитрофенилгидразонов ацетона и ацетальдегида от концентрации ацетона и ацетальдегида проводят методом наименьших квадратов.

Градуировочный график подчиняется зависимости $y = bx$ и имеет линейную зависимость площади пика от концентрации ацетона и ацетальдегида в толуольном экстракте в диапазоне от 0,50 до 2,0 мг/дм^3 для ацетона и 1,0–4,0 мг/дм^3 для ацетальдегида.

8.4.1 Контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляется каждый раз перед началом измерений не менее чем по двум точкам в рабочем диапазоне измерений. Полученные при хроматографировании значения Y не должны отклоняться от градуировочной прямой более чем на 11,0 % для ацетона и на 12,0 % для ацетальдегида.

В противном случае необходимо построение нового градуировочного графика не менее чем по 5 точкам.

8.5 Подготовка проб к анализу

Обработку образцов исследуемого упаковочного материала для получения вытяжек осуществляют необходимыми модельными средами (модельными растворами), выбираемыми в зависимости от того, для контакта с какими пищевыми продуктами предназначается использовать данное изделие. Обработка образцов проводится при определенной экспозиции, температурном режиме и с учетом площади поверхности образца ([1], приложение 2). Соотношение площади поверхности образца упаковки к объему модельной среды 2:1 см^2/см^3 (с учетом площади обеих поверхностей образца). Для анализа отбирают две параллельные пробы.

9 Проведение анализа

Две пробы вытяжки на основе модельной среды объемом по 10 см^3 из образца упаковки вносят в пробирки вместимостью 15 см^3, добавляют к ним по 3,0 см^3 раствора 2,4-динитрофенилгидразина в 2 н-растворе соляной кислоты с массовой долей 0,02 % и по 1 см^3 толуола, закрыв пробирки пробками, энергично встряхивают их в течение 30 мин. После четкого разделения содержимого пробирок по 2 мкл верхнего толуольного слоя каждого полученного экстракта вводят в испаритель хроматографа. Полученные экстракты хроматографируют дважды при одинаковых условиях.

9.1 Хроматографическое разделение

Хроматографирование толуольного экстракта (2,4-динитрофенилгидразона ацетона или ацетальдегида) проводится на газовом хроматографе. Условия хроматографирования приведены в приложении Б.

Каждую пробу хроматографируют не менее двух раз. Идентификацию пиков 2,4-динитрофенилгидразона ацетона и ацетальдегида проводят по времени удерживания. Одновременно аналогично пробам анализируют модельную среду.

10 Обработка результатов

Для обработки данных используют систему программного обеспечения прибора, позволяющую интегрировать площади пиков хроматограмм и реинтегрировать площади пиков после определения новой базовой линии.

Концентрацию ацетона\ацетальдегида в пробе вытяжки из исследуемого изделия рассчитывают по градуировочному графику.

Концентрацию ацетона\ацетальдегида в пробе вытяжки из исследуемого изделия (C_1 и C_2) мг/дм^3, определяют по следующей формуле:

$$C_1 = C_{\text{пр. 1}} - C_{\text{к}}, \quad (3)$$

где $C_{\text{пр.1}}$ — среднеарифметические значения концентрации ацетона\ацетальдегида, выделяемые одним из 2 образцов упаковки в параллельном определении в модельную среду (мкг/см^3):

$$C_{пр.1} = \frac{a_1 \cdot V}{V_1} \quad (4)$$

$$C_2 = C_{пр.2} - C_к \quad (5)$$

где $C_{пр.2}$ — среднеарифметическое значение концентраций ацетона\ацетальдегида, выделяемые вторым из 2 образцов упаковки в параллельном определении в модельную среду, мкг/см^3:

$$C_{пр.2} = \frac{a_2 \cdot V}{V_2} \quad (6)$$

где a_1, a_2 — концентрации ацетона\ацетальдегида, найденные по градуировочному графику, мкг/см^3;
V — объем толуольного экстракта, см^3 (1 см^3);
V_1, V_2 — объемы пробы, взятые для анализа, см^3 (по 10 см^3);
$C_к$ — среднеарифметическое значение концентрации ацетона\ацетальдегида, содержащегося в модельной среде, мкг/см^3:

$$C_к = \frac{a_к \cdot V_к}{V_{к1}} \quad (7)$$

где $a_к$ — концентрация ацетона или ацетальдегида найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;
$V_к$ — объем толуольного экстракта, см^3 (1 см^3);
$V_{к1}$ — объем пробы, взятый для анализа, см^3 (10 см^3).

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений при выполнении условий повторяемости

$$C_{ср} = \frac{C_1 + C_2}{2}, \quad (8)$$

где C_1, C_2 — среднеарифметические значения концентрации ацетона/ацетальдегида, полученные при хроматографировании каждой пробы из двух параллельных определений, мг/дм^3;
$C_{ср}$ — среднее значение концентрации ацетона/ацетальдегида, найденное по результатам двух проб параллельных определений, мг/дм^3.

Гарантированный результат анализа представляют в следующем виде:

$$C = C_{ср} + \Delta, \quad (9)$$

где Δ — показатель точности, мг/дм^3 (абсолютное значение), характеризующий пределы, в которых находится погрешность методики. Показатель точности в абсолютных единицах рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot C_{ср}, \quad (10)$$

где δ — значение показателя точности.

δ = 19 % для ацетона и δ =15 % для ацетальдегида (см. таблицу 1)

Результат определения выражают в виде концентрации ацетона или ацетальдегида в модельной среде с округлением до второго десятичного знака.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания ацетона и ацетальдегида в вытяжках модельных сред, имитирующих пищевые продукты при P =0,95 представлены в приложении А.

Показатели повторяемости, внутрилабораторной воспроизводимости метода определения содержания ацетона и ацетальдегида в вытяжках и их пределы представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P = 0,95

Наименование измеряемого вещества	Диапазон измерений вещества, мг/дм^3	Предел повторяемости r %	Предел воспроизводимости R %	Показатель точности (граница относительной погрешности методики при доверительной вероятности P = 0,95) ±δ, %
Ацетон	0,05–0,20	22,0	30,0	19,0
Ацетальдегид	0,10–0,40	13,0	23,0	15,0

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений концентраций ацетона и ацетальдегида, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Повторяемость метода измерений должна быть подтверждена оценкой результатов испытаний идентичных образцов упаковки 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 относительное значение разности между результатами двух параллельных определений не превышает показателя повторяемости, то все результаты параллельных определений признаются приемлемыми, и конечный результат определения является их средним арифметическим значением

$$\frac{|C_2 - C_1| \cdot 100}{C_{ср}} \le r, \qquad (11)$$

где C_1, C_2 — значение результатов параллельных определений в условиях повторяемости;

$C_{ср}$ — среднее значение результатов двух параллельных определений;

r — предел повторяемости, %, значение которого приведено в таблице 1.

При не выполнении условия (11) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля повторяемости.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений концентрации ацетона и ацетальдегида, полученных в условиях воспроизводимости проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Значение относительной разности между двумя результатами испытаний — первичного и повторного — содержания ацетона\ацетальдегида в одной и той же пробе, полученное в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела внутрилабораторной воспроизводимости (таблица 1):

$$\frac{|C_2 - C_1| \cdot 100}{C_{ср}} \le R, \qquad (12)$$

где C_1, C_2 — значения двух параллельных определений концентраций, полученные в условиях воспроизводимости;

$C_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений;

R — предел воспроизводимости, %, значение которого приведено в таблице 1.

При невыполнении условия (12) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля воспроизводимости.

11.4 Контроль стабильности результатов испытаний в лаборатории

Для проверки стабильности результатов, получаемых в лаборатории, используются карты Шухарта (ГОСТ ИСО 5725-6).

При построении контрольной карты используют одну из градуировочных смесей из середины диапазона. Содержание ацетона\ацетальдегида в рабочей пробе должно соответствовать содержанию его в середине диапазона исследований.

В качестве контролируемого параметра рассматривают размах (разность) результатов измерения концентрации ацетона\ацетальдегида, полученных в условиях воспроизводимости.

12 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующее:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образца упаковки;

в) информацию, касающуюся подготовки проб для анализа в соответствии с 8.4;

г) массовую концентрацию ацетона и ацетальдегида, рассчитанную и выраженную в соответствии с 8.7;

д) все проводимые операции, не включенные в настоящий стандарт, которые могут повлиять на конечный результат.

Приложение А
(обязательное)

Характеристики метода определения ацетальдегида и ацетона в модельных средах

Таблица А.1 — Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Наименование измеряемого вещества и модельной среды, в которой проводилось его измерение	Диапазон измерений вещества, мг/дм^3	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %	Показатель точности (граница относительной погрешности методики при доверительной вероятности $P = 0,95$) $\pm\delta$, %
Ацетон	0,05–0,20			
Дистиллированная вода		22,0	30,0	19,0
Раствор лимонной кислоты с массовой долей 2 %,		21,0	22,0	9,0
Раствор уксусной кислоты с массовой долей 2 %, содержащий NaCl с массовой долей 2 %		22,0	22,0	14,0
Ацетальдегид	0,10–0,40			
Дистиллированная вода		13,0	16,0	15,0
Раствор лимонной кислоты с массовой долей 2 %,		20,0	23,0	10,0
Раствор уксусной кислоты с массовой долей 2 %, содержащий NaCl с массовой долей 2 %		22,0	22,0	15,0

Приложение Б
(обязательное)

Условия хроматографирования при определении содержания ацетальдегида и ацетона в модельных средах методом газовой хроматографии

Техника ввода пробы	на колонку
Объем вводимой пробы	2 $мм^3$
Тип колонки	HP-5, кварцевое стекло
Длина колонки	30 м
Внутренний диаметр	0,5 мм
Толщина слоя	5 мкм
Детектор	электронного захвата
Температура термостата колонок	200 °С
Температура детектора	250 °С
Давление потока газа-носителя азота	100 кПа

Библиография

[1] ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки

УДК 621.798.08:[661.727.2+661.727.4](083.74)(476) МКС 71.040.99; 55.020
Ключевые слова: упаковка, газовая хроматография, ацетальдегид, ацетон