МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31629— 2017 (ISO 16055: 2012)

Табак и табачные изделия

КОНТРОЛЬНЫЙ ОБРАЗЕЦ

Требования и применение

(ISO 16055:2012, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт табака, махорки и табачных изделий» (ФГБНУ ВНИИТТИ) на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 5 стандарта, который выполнен в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52—2017)

За принятие 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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2017 г. № 2005-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31629—2017 (ISO 16055:2012) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2018 г.

5 Настоящий межгосударственный стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 16055:2012 «Табак и табачные изделия. Контрольный образец. Требования и применение» («Tobacco and tobacco products — Monitor test piece — Requirements and use», MOD) путем внесения дополнительных положений, фраз, изменений по отношению к тексту применяемого международного стандарта, отдельных структурных элементов и слов в разделах 2—7, выделенных в тексте курсивом.

Международный стандарт ISO 16055:2012 подготовлен Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 126 «Табак и табачные изделия» международной организации по стандартизации (ISO).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Спецификации контрольного образца приведены в приложении А.

Контрольные карты приведены в приложении В.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного международного стандарта приведено в дополнительном приложении ДА.

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДБ

6 ВЗАМЕН ГОСТ 31629—2012 (ISO 16055:2003)

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Требования к контрольному образцу 2
5 Проведение испытаний 3
6 *Сопроводительный документ к контрольным образцам* 3
7 Применение 4
Приложение А (справочное) Контрольный образец. Спецификация 8
Приложение В (справочное) Контрольные карты 10
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта 17
Приложение ДБ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 18
Библиография 19

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

Табак и табачные изделия

КОНТРОЛЬНЫЙ ОБРАЗЕЦ

Требования и применение

Tobacco and tobacco products.
Monitor test piece. Requirements and use

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на табак и табачные изделия и устанавливает требования к контрольному образцу и его применению.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ISO 3308—2015 Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина). Определения и стандартные условия

ГОСТ ИСО 3402—2003 Табак и табачные изделия. Атмосферы для кондиционирования и испытаний

ГОСТ ИСО 5725-2—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*

ГОСТ 30438—2003 (ISO 3400:1997) Сигареты. Определение содержания алкалоидов в конденсате дыма. Спектрометрический метод

ГОСТ 30570—2015 (ISO 10315:2013) Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии

ГОСТ 30571—2003 (ИСО 4387:2000) Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины

ГОСТ 30622.1—2003 (ИСО 10362-1:1999) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Часть 1: Метод газовой хроматографии

ГОСТ 30622.2—1998 (ИСО 10362-2:1995) Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Часть 1: Метод Карла Фишера

* *В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».*

Издание официальное

ГОСТ 31630—2012 (ISO 8454:2007) Сигареты. Определение содержания монооксида углерода в газовой фазе сигаретного дыма с помощью недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **контрольный образец** (monitor test piece): *Образец, взятый из группы сигарет, изготовленных при определенных и строго контролируемых производственных условиях,* в пределах установленных допустимых интервалов, *предназначенный только для лабораторных испытаний, не для потребителя.*

Примечание — Контрольный образец — это образец, взятый из партии сигарет, которая является наиболее однородной по физическим и химическим характеристикам, а также по содержанию компонентов дыма.

3.2 **результат анализа** (analysis value): Результат, полученный при прокуривании 5 или 20 сигарет (в зависимости от типа используемой курительной машины) и последующих испытаниях в соответствии с требованиями *ГОСТ 30438, ГОСТ 30570, ГОСТ 30571, ГОСТ 31630 и ГОСТ 30622.1 (или ГОСТ 30622.2).*

4 Требования к контрольному образцу

4.1 Контрольные образцы должны быть изготовлены из одной производственной партии.

4.2 Число контрольных образцов должно быть достаточным для применения в течение по крайней мере двух лет.

4.3 Для достижения однородности контрольных образцов резаный табак, используемый при их изготовлении, должен быть из одной хорошо смешанной партии (по возможности рекомендуется использовать табачное сырье одного сорта без добавления жилки, умягчителей или ароматизаторов во избежание неоднородности табачной мешки).

4.4 Используемые нетабачные материалы, такие как сигаретная бумага и фильтры, должны быть взяты из одной производственной партии, а во время производства фильтров следует проводить строгий контроль их параметров.

Рекомендованные спецификации для производства контрольного образца приведены в приложении А.

В настоящее время требования должны включать стабильное содержание компонента — монооксида углерода, что лучше всего достигается при использовании невентилируемого фильтра. Поэтому рекомендации заключаются в том, чтобы контрольный образец был невентилируемым.

Если необходимо использовать умягчители для табака, то разрешено применение только глицерина. Пропиленгликоль не может быть использован из-за высокого давления паров, которые могут привести к неконтролируемой (неопределяемой) потере массы во время кондиционирования.

4.5 Контрольный образец должен быть проверен с наибольшей точностью, которая возможна, по отклонению массы табака в изделиях, длине окружности и сопротивлению затяжке. Необходимо увеличить количество измерений параметров контроля качества и снизить скорость оборудования для достижения требуемой стабильности физических, химических характеристик, а также содержания компонентов дыма в контрольных образцах. Контроль массы является наиболее важным при изготовлении контрольных образцов со стабильными свойствами. Чрезмерное изменение массы способствует неприемлемым изменениям в компонентах дыма. Стандартное отклонение массы индивидуального контрольного образца должно быть установлено не более 16 мг.

4.6 Контрольные образцы в контролируемой партии должны иметь стабильные значения смолы, никотина и монооксида углерода в дыме. Эту стабильность оценивают путем сравнительных испытаний достаточного количества контрольных образцов; количество выбирается в зависимости от того,

будет ли контроль предназначаться для ограниченного или для более широкого применения *(ГОСТ ИСО 5725-2).*

4.7 Упакованные контрольные образцы до использования хранят при температуре не выше 4 °С.

Примечание — Другие ссылочные стандарты в области испытаний табака *(ГОСТ ИСО 3402)* содержат требование обеспечить температуру хранения ниже минус 16 °С из гигиенических соображений. Обычно температура хранения для контрольных образцов составляет 4 °С.

4.8 Конструкция изделия должна обеспечивать достаточно высокое содержание компонентов дыма (смолы, никотина и монооксида углерода) в контрольном образце (примерно 14 мг смолы и монооксида углерода, примерно 1,4 мг никотина), чтобы влияние, оказываемое возможными компенсационными настройками курительной машины, можно было отличить от нормальной вариации содержания компонентов дыма.

4.9 Важно произвести контрольный образец, четко отличающийся от коммерческих сигарет. Контрольный образец должен быть упакован в твердую пачку по 20 шт., на которую должен быть нанесен текст.

Пример — Утвержденный CORESTA монитор № X не для потребителей, только для лабораторных целей. Некоммерческое изделие [дата производства].

5 Проведение испытаний

Испытание контрольных образцов, включая определение смолы, никотина и монооксида углерода в дыме, следует проводить в соответствии с *ГОСТ 31630, ГОСТ 30571, ГОСТ 30570 и ГОСТ 30622.1 (или ГОСТ 30622.2)* в форме межлабораторных сравнительных испытаний в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-2.* Испытания следует проводить с учетом длины окурка, указанной в *сопроводительном документе* к контрольному образцу.

Для ежедневных испытаний контрольные образцы могут быть произведены любым изготовителем для собственного использования.

Для межлабораторных сравнительных испытаний или для сравнения аналитической стабильности результатов между лабораториями рекомендуется использовать контрольные образцы из общего источника. Для этих целей в настоящее время контрольные образцы распространяет международный центр по изучению табака (CORESTA)*. Эти образцы ежегодно проходят международные межлабораторные сравнительные испытания стабильности содержания компонентов дыма в соответствии с *ГОСТ ИСО 5725-2.*

6 Сопроводительный документ к контрольным образцам

6.1 Общие положения

Партия контрольных образцов должна иметь *сопроводительный документ* со следующей информацией, приведенной в 6.2 и 6.3.

6.2 Общая спецификация изделия

Спецификация содержит сведения по общей длине, диаметру, длине фильтра, длине отрезка ободковой бумаги и сведения о материале фильтра.

6.3 Результаты межлабораторных испытаний

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний контрольных образцов должны содержать:

- длину окурка;
- тип используемой лабораторной курительной машины;
- среднее значение и стандартное отклонение результатов содержания смолы в дыме;
- среднее значение и стандартное отклонение результатов содержания никотина в дыме;

* *Address: CORESTA (Cooperation Centre for Scientific Research Relative to Tobacco), 11, rue de Quatre-Septembre, F-75002, Paris;* gost.e-ecolog.ru

- среднее значение и стандартное отклонение результатов содержания монооксида углерода в дыме;
- двусторонний доверительный интервал для средних значений с уровнем вероятности 95 %.

7 Применение

7.1 Общие положения

Контрольные образцы используют для контроля стабильности аналитических процессов, связанных с машинным прокуриванием сигарет для обычного контроля в соответствии с *ГОСТ ISO 3308, в частности для оценки того, находятся ли аналитические процессы, связанные с машинным прокуриванием сигарет, описанные в ГОСТ ИСО 3402, ГОСТ 30570, ГОСТ 30571, ГОСТ 31630 и ГОСТ 30622.1 (или ГОСТ 30622.2)* в статистически управляемом состоянии *(см. нормативный документ*).*

Примечание — Контрольные образцы изготавливают с целью контроля стабильности аналитических процессов. Конструкцию этих образцов выбирают таким образом, чтобы содержание компонентов дыма в них соответствовало целям, ради которых они изготовлены. Содержание компонентов дыма в контрольных образцах может не соответствовать установленным предельно допустимым уровням, поэтому их нельзя относить к коммерческим сигаретам.

Принятый порядок применения контрольных образцов может различаться между лабораториями и между двумя наиболее используемыми типами курительных машин. Общим принципом является оценка стабильности основных параметров (числа затяжек, содержания монооксида углерода в газовой фазе, содержания влажного конденсата, воды и никотина в нем, смолы) с помощью контрольных карт.

Контрольные образцы не используют для проведения калибровки, а полученные результаты их испытаний не используют для корректирования или вычисления результатов испытаний исследуемых образцов сигарет.

Определение содержания компонентов дыма должно быть основано на прокуривании по крайней мере 20 сигарет в соответствии с *ГОСТ 30571.*

На ротационной курительной машине прокуривание 20 сигарет дает один средний результат. В то же время на линейной курительной машине прокуривание 20 сигарет дает четыре средних результата (от прокуривания на четырех каналах по пять сигарет на канал). Это означает, что отклонение в процессе прокуривания должно определяться разными методами для двух различных типов курительных машин. Для ротационной курительной машины отклонение может быть определено как отклонение между циклами прокуривания. В то же время отклонение для линейной курительной машины может быть определено по четырем индивидуальным результатам от четырех каналов.

Следовательно, отклонение аналитических процессов в случае использования ротационной курительной машины основывается на «независимом» единственном результате, а в случае использования линейной курительной машины — на четырех результатах одного цикла прокуривания на четырех «независимых» каналах.

Это означает, что для двух разных типов курительных машин следует применять разные типы контрольных карт. Необходимый выбор должен быть сделан в соответствии с текущими потребностями и не может быть утвержден на все случаи.

Приложение В содержит рекомендации и примеры использования контрольных карт.

Примечание — Эти рекомендации основаны на статистической теории, описанной *в нормативном документе*, нормативном документе**, нормативном документе*** и на практическом ежедневном опыте.

При анализе контрольной карты следует использовать *(см. нормативный документ*)* и *(см. нормативный документ***)* для исследования возникновения особых причин.

Рисунок 1 иллюстрирует применение контрольных образцов для обычного контроля при определении содержания компонентов дыма в испытуемых образцах сигарет.

---

* *См. [1].*

** *См. [2].*

*** *См. [3].*

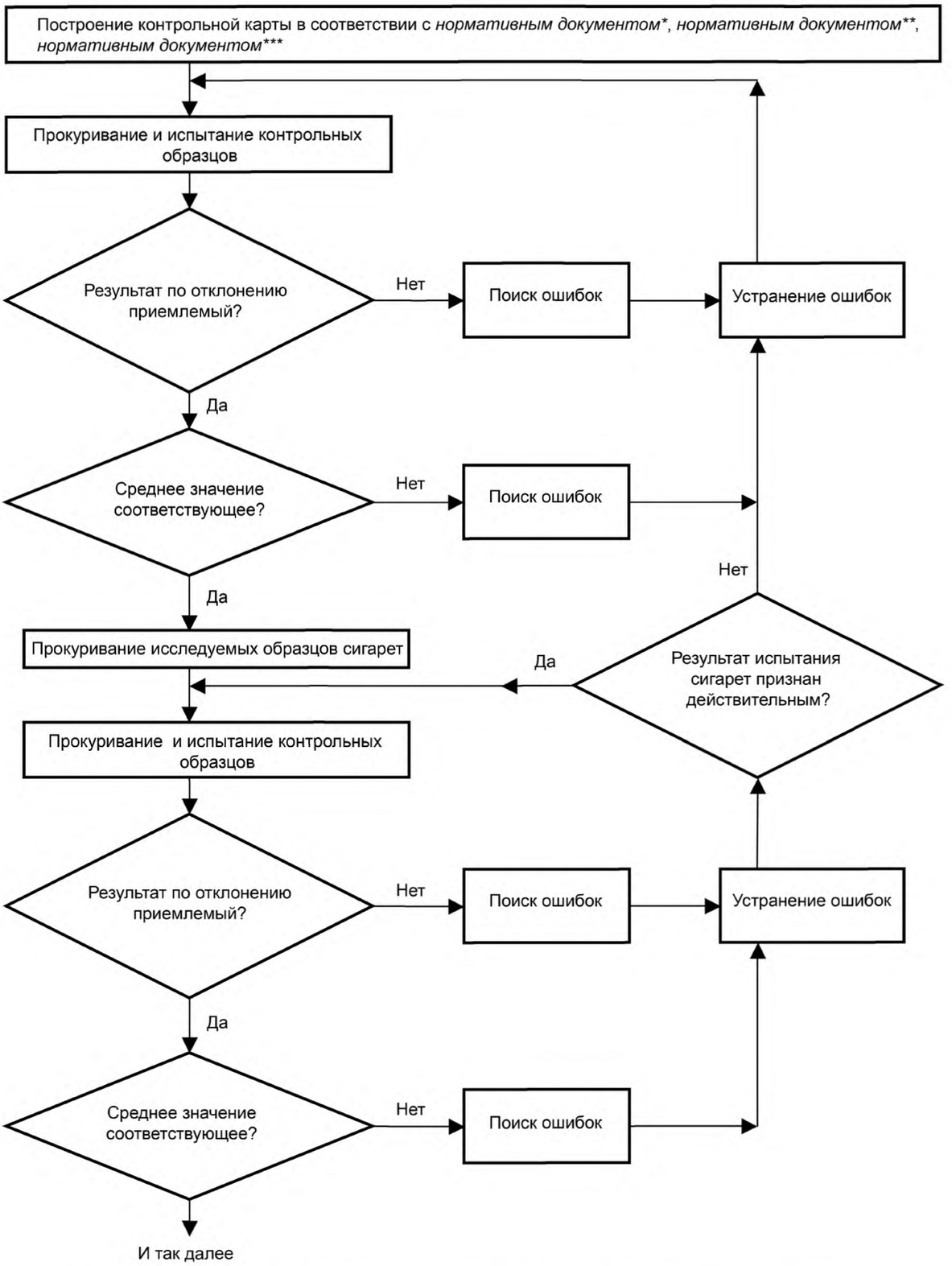


Рисунок 1 — Блок-схема применения контрольных образцов для обычного контроля при определении содержания компонентов дыма в испытуемых образцах сигарет

* *См. [1].*

** *См. [2].*

*** *См. [3].*

7.2 Практические процедуры применения контрольных образцов

Практические процедуры применения контрольных образцов основаны на условии, что стабильность процессов может быть оценена путем испытания контрольных образцов в выбранные промежутки времени и сравнения полученных результатов испытания, графически отображенных на контрольной карте *(см. нормативный документ*).*

Частота проведения испытаний контрольных образцов не определена и зависит от конкретных целей. Практический выбор частоты испытаний контрольных образцов описан в *нормативном документе***.

В условиях, когда аналитический процесс стабилен, подразумевается, что все результаты испытаний исследуемых образцов сигарет, полученные между двумя достоверными результатами испытаний контрольных образцов, также будут достоверными. *И наоборот, результаты испытаний исследуемых образцов сигарет, полученные в период, в начале которого результат испытания контрольных образцов является достоверным, а в конце — недостоверным, должны быть отнесены к недостоверным результатам до тех пор, пока результаты испытаний контрольных образцов не будут достоверными.* Недостоверные результаты испытуемых образцов сигарет забраковывают и испытания повторяют. Во избежание потери большого количества результатов важно испытывать контрольные образцы через небольшой промежуток времени. Это приведет к балансу между количеством выполненных испытаний и необходимостью подтверждения стабильности аналитических процессов.

Процедуры применения контрольных образцов для этих двух типов курительных машин различны, но принцип их применения один и тот же — последовательное прокуривание и подтверждение достоверности полученных результатов.

Рекомендуется использовать следующие процедуры:

- для ротационной курительной машины — перед проведением серии испытаний образцов сигарет на содержание компонентов дыма проводят цикл прокуривания контрольных образцов и их испытание. Через определенные промежутки времени (например, через каждые 10—15 циклов прокуривания образцов сигарет) процедура испытания контрольных образцов должна быть повторена, и день испытания образцов сигарет должен заканчиваться прокуриванием контрольного образца;
- для линейной курительной машины — перед проведением серии испытаний образцов сигарет на содержание компонентов дыма прокуривают контрольные образцы на выбранном канале (обычно в план прокуривания включают четыре канала). Прокуривание контрольных образцов повторяется ежедневно на четырех каналах через каждые 2—3 цикла прокуривания. Важно, чтобы прокуривание контрольных образцов было проведено на каждом из 20 каналов.

7.3 Практическое использование контрольных карт

Результаты прокуривания и анализов контрольных образцов наносят на соответствующие контрольные карты (см. приложение В и *нормативный документ**), *(см. нормативный документ****), *(см. нормативный документ**)* таким образом, чтобы можно было оценить средние значения содержания компонентов дыма и отклонения.

Можно использовать контрольные карты с заданными стандартными значениями, а также карты без заданных стандартных значений по *нормативному документу***. Это означает, что контрольные карты могут быть построены для конкретной лаборатории без знания заданных значений для контрольного образца или со ссылкой на эти значения.

Контрольные карты могут иметь как предупреждающие границы, так и границы регулирования *(см. нормативный документ****),* или иметь только одну установку контрольных границ *(см. нормативный документ**).* Можно использовать любой вид контрольных карт, но для более правильной оценки стабильности аналитических процессов важно, чтобы была выполнена проверка на особые причины *(см. нормативный документ**).*

Суть выбора контрольных карт состоит в том, будет ли выбрана контрольная карта с заданными значениями или *без них*, с одной или двумя установками контрольных границ. Это зависит от текущих потребностей.

---

* *См. [1].*

** *См. [3].*

*** *См. [2].*

В большинстве случаев практичнее соединить заданные значения, полученные в межлабораторных сравнительных испытаниях, с собственными результатами конкретной лаборатории, полученными в ходе ее текущих (обычных) проверок.

С другой стороны, это может быть нецелесообразно для лабораторий, у которых полученные собственные средние значения отличаются от заданных значений. В таких случаях для устранения влияния контрольных границ заданных значений на стабильность аналитических процессов рекомендуется определять разницу между средним значением, полученным конкретной лабораторией, и заданным средним значением с помощью других статистических методов по определению различий между отклонениями и между средними значениями.

Приложение А
(справочное)

Контрольный образец. Спецификация

Рекомендуются для выполнения следующие спецификации для производства контрольного образца CORESTA (см. таблицы А.1—А.4).

Таблица А.1 — Табачная мешка и резаный табак

Параметр	Описание
Тип табака	Пластинки табака трубоогневой сушки без жилок
Добавки	Предпочтительно никаких, но не более чем 2 % глицерина
Ширина волокна	≈ 0,9 мм

Таблица А.2 — Размеры контрольного образца

Параметр	Значение
Длина образца	≈ 83 мм (king size)
Диаметр образца	≈ 7,8 мм
Масса образца	≈ 980 мг
Перепад давления образца	≈ 1,4 кПа[a]
Длина отрезка сигаретного штранга	≈ 62 мм
Масса отрезка сигаретного штранга	≈ 820 мг
Масса табака	≈ 780 мг
Удельная масса табака	≈ 260 мг/см^3
Влажность табака	≈ 12,0 %
[a] Перепад давления может также быть выражен в миллиметрах водяного столба (мм вод. ст.). 1,4 кПа ≈ 140 мм вод. ст.	

Таблица А.3 — Нетабачные материалы контрольного образца

Параметр	Значение
Диаметр фильтрпалочки	≈ 7,8 мм
Спецификация волокна	Высоко гофрированное ацетатное волокно типа 2,8Y36HK (в единицах дтекс) (в единицах денье 2,5Y32HK) или подобное
Перепад давления фильтра	В диапазоне от 0,75 до 0,8 кПа[a]
Пластификатор	≈ 7 % триацетина
Бумага для обертки фильтра (фицелла)	Не пористая
Длина фильтра	≈ 21 мм
Ободковая бумага	Отличающаяся от коммерческих изделий (так называемая серая ободковая бумага) с логотипом СМ, предпочтительно неперфорированная
Ширина ободковой бумаги	≈ 29 мм

Окончание таблицы А.3

Параметр	Значение
Бумага для контрольного образца	Древесинная пульпа, наполнитель карбонат кальция осажденный ≈ 30 %, воздухопроницаемость ≈ (от 40 до 50) $см^3$ $мин^{-1}см^{-2}$ при разнице давления 1кПа[b], цитраты (выраженный как безводная лимонная кислота) ≈ 0,7 %
Ширина бумаги	≈ 26 мм
[a] Перепад давления может также быть выражен в миллиметрах водяного столба (мм вод. ст.). От 0,75 до 0,8 кПа ≈ от 75 до 80 мм вод. ст. [b] Воздухопроницаемость может также быть выражена в единицах CORESTA (CU). 1 CU= 1 $см^3$ $мин^{-1}$ $см^2$.	

Таблица А.4 — Компоненты дыма

Параметр	Значение
Смола	≈ 14 мг/контрольный образец
Никотин	≈ 1,4 мг/контрольный образец
Монооксид углерода	≈ 14 мг/контрольный образец
Число затяжек	≈ 9

Приложение В
(справочное)

Контрольные карты

В.1 Общие положения

Выбор контрольных карт для отображения результатов прокуривания и анализов контрольных образцов проиллюстрирован ниже тремя примерами, которые не являются обязательными для исполнения или отображающими полный объем исследований (см. *нормативный документ*[*]), (см. *нормативный документ*[**]), (см. *нормативный документ*[***]) и которые описывают теорию и использование контрольных карт. *Нормативный документ*[***] также включает информацию о восьми испытаниях, которые необходимы для принятия решения, будет ли контрольная карта «контрольной».

Два примера описывают различные типы контрольных карт. Первый пример — для процесса прокуривания, который дает более одного результата за один цикл прокуривания (обычно это прокуривание на нескольких каналах линейной курительной машины), второй пример — для процесса прокуривания, который дает только один результат за цикл прокуривания (обычно это прокуривание на ротационной курительной машине). Третий пример описывает контрольную карту с заданными стандартными значениями и может использоваться, когда прокуривание не проводят постоянно.

В.2 Расчет границ контрольной карты

В.2.1 Примеры 1 и 2

В.2.1.1 Общие положения

Для линейной курительной машины описаны карта средних и карта стандартных отклонений, для ротационной курительной машины — карта средних и карта скользящих размахов.

Для расчета контрольных границ содержания смолы приведены две группы результатов в таблице В.1, причем средние значения подгрупп являются идентичными. Выбранные примеры являются наиболее реалистичными и фактически могут быть представлены как практические лабораторные результаты. Расчет произведен в соответствии с *нормативным документом*[***]. Контрольные карты показаны на рисунках В.1 и В.2. На рисунке В.1 12-й результат в карте средних находится за контрольной границей, и этот результат должен быть обсужден сразу же после анализов, потому что касается стабильности проведения испытаний на содержание компонентов дыма.

Приведены примеры контрольных карт без предупреждающих границ. Если такие границы необходимы, то они могут быть рассчитаны как расстояние от центральной линии, равное 2 σ.

Примечание — Важным является число подгрупп, необходимых для построения контрольной карты. *Нормативный документ*[***] рекомендует 20—25 подгрупп, но примеры содержат не более 15 подгрупп. Не существует «безопасного» числа подгрупп, но следует проявить внимание, не влияют ли периодически на аналитический процесс во время начального сбора данных посторонние изменения, такие как настройки курительной машины или другие внешние факторы.

---

[*] *См. [1].*

[**] *См. [2].*

[***] *См. [3].*

Таблица В.1 — Примеры расчета границ контрольных карт

Пример 1			Пример 2		
Линейная курительная машина (прокуривание на 4 каналах)			Ротационная курительная машина		
Карта средних и карта стандартных отклонений			Карта средних и карта скользящих размахов		
Номер подгруппы	Среднее значение подгруппы, мг смолы	Стандартное отклонение подгруппы, мг смолы	Номер подгруппы	Результат, мг смолы	Скользящий размах R, мг смолы
1	15,0	0,52	1	15,0	—
2	15,2	0,54	2	15,2	0,2
3	15,2	0,24	3	15,2	0,0
4	15,8	0,22	4	15,8	0,6
5	15,6	0,47	5	15,6	0,2
6	15,7	0,69	6	15,7	0,1
7	15,1	0,57	7	15,1	0,6
8	16,0	0,29	8	16,0	0,9
9	14,9	0,12	9	14,9	1,1
10	14,9	0,55	10	14,9	0,0
11	15,4	0,67	11	15,4	0,5
12	14,5	0,63	12	14,5	0,9
13	15,6	0,56	13	15,6	1,1
14	15,1	0,33	14	15,1	0,5
15	15,5	0,43	15	15,5	0,4
Среднее значение	$\bar{\bar{x}} = 15,30$	$\bar{s} = 0,455$	Среднее значение	$\bar{x} = 15,30$	$\bar{R} = 0,51$
UCL*	16,04	1,03	UCL	16,20	1,67
LCL**	14,56	0	LCL	14,40	0

* UCL — верхняя контрольная граница.
** LCL — нижняя контрольная граница.

В.2.1.2 Для карты средних и карты стандартных отклонений (пример 1) верхние контрольные границы $\mathbf{UCL}_{\bar{x}}$ и UCL_s и нижние контрольные границы $\mathbf{LCL}_{\bar{x}}$ и LCL_s, выраженные в миллиграммах смолы, вычисляют по формулам

$$\mathbf{UCL}_{\bar{x}} = \bar{\bar{x}} + 1{,}628\,\bar{s}; \quad (В.1)$$

$$\mathbf{LCL}_{\bar{x}} = \bar{\bar{x}} - 1{,}628\,\bar{s}; \quad (В.2)$$

$$UCL_s = 2{,}266\,\bar{s}; \quad (В.3)$$

$$LCL_s = 0\,\bar{s}, \quad (В.4)$$

где $\bar{\bar{x}}$ — среднее значение подгруппы, мг смолы;

1,628 — множитель для контрольных границ (*по нормативному документу**, A_3 для $n = 4$);

$\bar{s}$ — стандартное отклонение подгруппы, мг смолы;

2,266 — множитель для контрольных границ (*по нормативному документу**, B_3 для $n = 4$);

0 — множитель для контрольных границ (*по нормативному документу**, B_3 для $n = 4$).

В.2.2 Формула для расчета UCL и LCL для карты средних и скользящих размахов (пример 2)

Для карты средних и карты скользящих размахов (пример 2) верхние контрольные границы UCL_x и UCL_R и нижние контрольные границы LCL_x и LCL_R, выраженные в миллиграммах смолы, вычисляют по формулам

$$\mathbf{UCL}_x = \bar{x} + \frac{2}{1{,}128}\bar{R}; \quad (В.5)$$

$$\mathbf{LCL}_x = \bar{x} - \frac{2}{1{,}128}\bar{R}; \quad (В.6)$$

$$UCL_R = 3{,}267\,\bar{R}; \quad (В.7)$$

$$LCL_R = 0\,\bar{R}, \quad (В.8)$$

где $\bar{x}$ — результат, мг смолы;

$\frac{2}{1{,}128}$ — множитель для контрольных границ (см. *нормативный документ***, $d_2 = 1{,}128$ для $n = 2$);

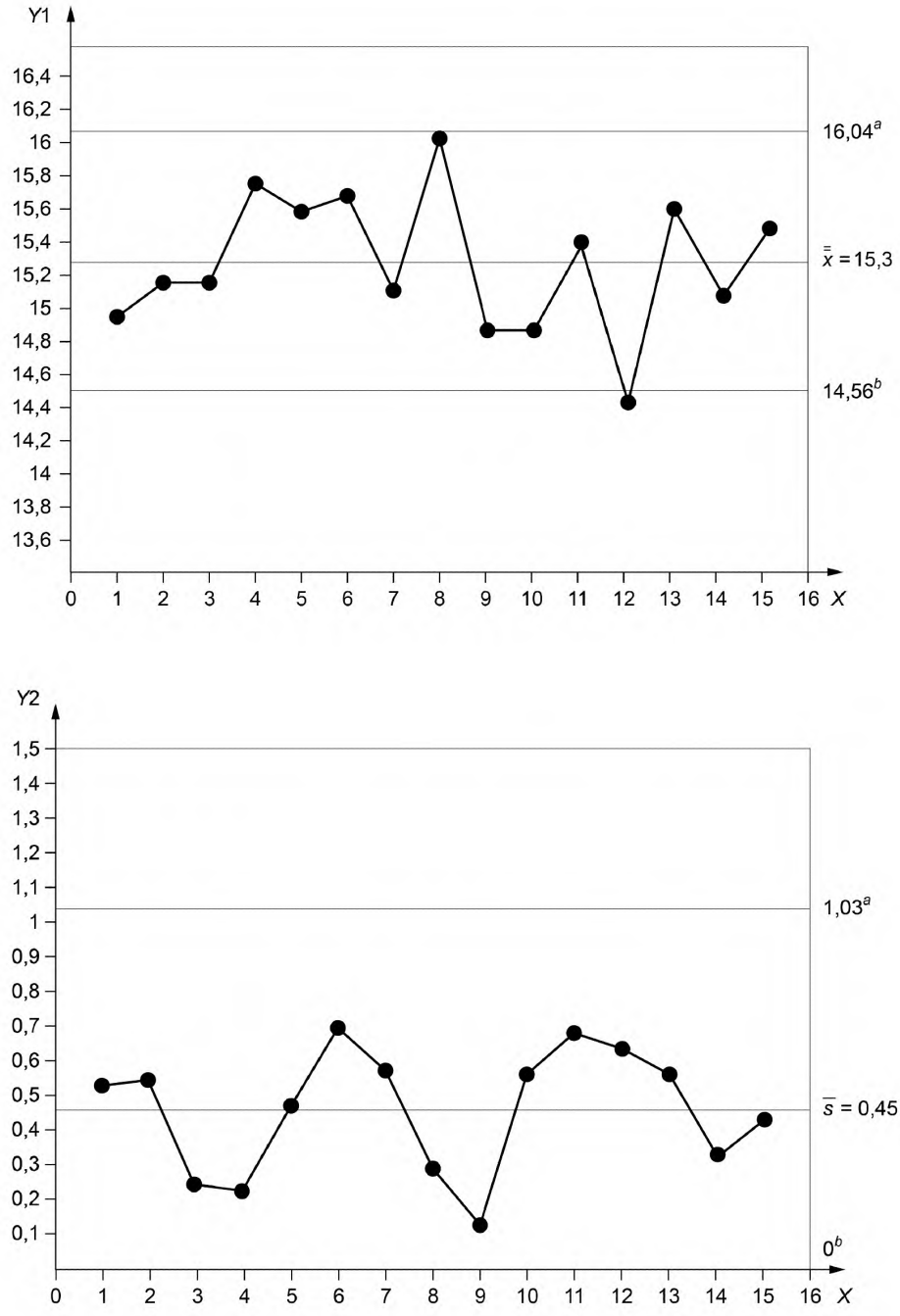
$\bar{R}$ — скользящий размах, мг смолы;

3,267 — множитель для контрольных границ (см. *нормативный документ**, D_4 для $n = 2$);

0 — множитель для контрольных границ (см. *нормативный документ**, D_3 для $n = 2$).

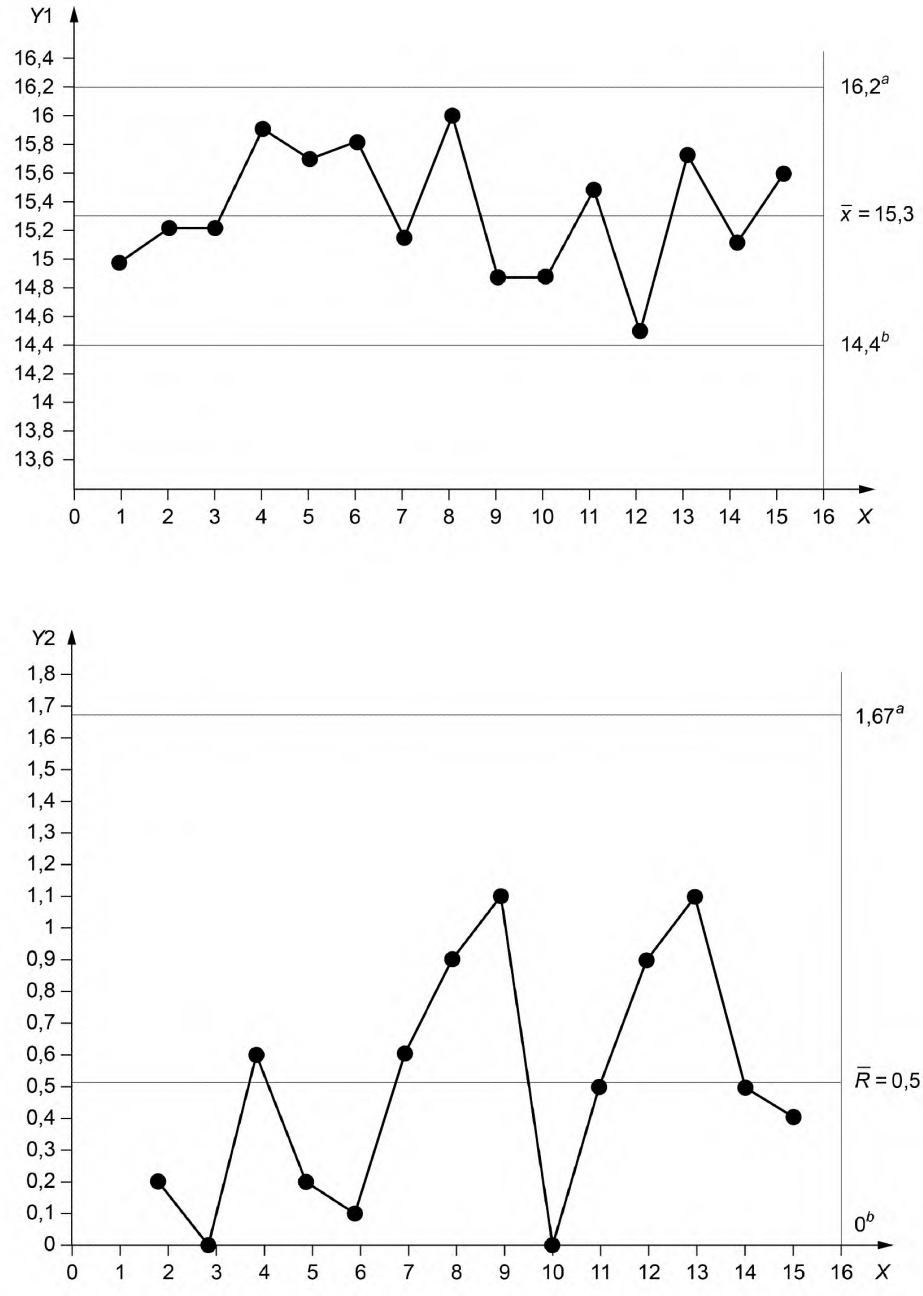
* *См. [3].*

** *См. [3].*



X — номер подгруппы;
Y1 — безникотинный сухой конденсат, мг;
Y2 — стандартное отклонение;
[a] — UCL;
[b] — LCL

Рисунок В.1 — Карта средних и карта стандартных отклонений



X — номер подгруппы;
*Y*1 — безникотинный сухой конденсат, мг;
*Y*2 — скользящий размах;
[a] — UCL;
[b] — LCL

Рисунок В.2 — Карта средних и карта скользящих размахов

В.2.3 Пример 3

В.2.3.1 Общие положения

Контрольные карты со стандартными значениями могут быть использованы в тех случаях, когда лаборатория не проводит систематические испытания на содержание компонентов дыма. Контрольные карты предназначены для использования только в качестве внутреннего контроля стабильности испытаний на содержание компонентов дыма в пределах лаборатории.

В отличие от примеров 1 и 2 в этом примере нет точных данных, на рисунке В.3 показаны заготовки контрольных карт. Стандартные значения для этих контрольных карт могут быть взяты из межлабораторных сравнительных испытаний, в которых значения содержания компонентов дыма отдельных лабораторий могут иметь больший разброс, чем разброс значений внутри отдельных лабораторий. Поэтому необходимо учитывать, что не все лаборатории получат результаты, приближенные к средним значениям межлабораторных сравнительных испытаний. Это означает, что у отдельных лабораторий значения содержания компонентов дыма могут отличаться от стандартных значений, но в то же время быть признаны правильными до тех пор, пока контрольная карта остается контрольной и значения находятся в пределах вариации в течение времени между проведением межлабораторных сравнительных испытаний.

Если значения содержания компонентов дыма систематически отклоняются от стандартных значений (то есть их разброс имеет так называемую высокую вариацию, превышающую размах), в этом случае лаборатории рекомендуется попытаться определить и устранить возможные причины этих отклонений, но ни в коем случае нельзя исправлять значения с помощью ненаучных измерений или арифметических расчетов.

Примечание — На момент публикации настоящего стандарта существовали только ежегодные международные межлабораторные сравнительные испытания по прокуриванию контрольного образца CORESTA, которые были проведены подгруппой аналитической химии CORESTA. Результаты этих испытаний можно получить у генерального секретаря CORESTA.

В.2.3.2 Формулы для карты средних

Верхнюю контрольную границу UCL_x и нижнюю контрольную границу LCL_x, выраженные в миллиграммах смолы, вычисляют по формулам

$$LCL_x = x_0 - 3 \cdot \sigma_0 = 13{,}71; \quad \text{(В.9)}$$

$$UCL_x = x_0 + 3 \cdot \sigma_0 = 16{,}55, \quad \text{(В.10)}$$

где x_0 — среднее значение подгруппы измерений ($x_0 \triangleq \bar{\bar{x}} = 15{,}13$), мг смолы;

σ_0 — стандартное отклонение лабораторных средних значений в межлабораторных сравнительных испытаниях ($\sigma_0 = s = 0{,}473$).

В.2.3.3 Формулы для карты скользящих размахов

Для контроля внутрилабораторной вариации используется среднее значение внутрилабораторной вариации ($\sigma_1 = 0{,}275$) для построения карты скользящих размахов. Центральную линию CL, верхнюю контрольную границу UCL_R и нижнюю контрольную границу LCL_R, выраженные в миллиграммах смолы, вычисляют по формулам

$$CL = 1{,}128 \cdot \sigma_1 = 0{,}310; \quad \text{(В.11)}$$

$$LCL_R = 0 \cdot \sigma_1; \quad \text{(В.12)}$$

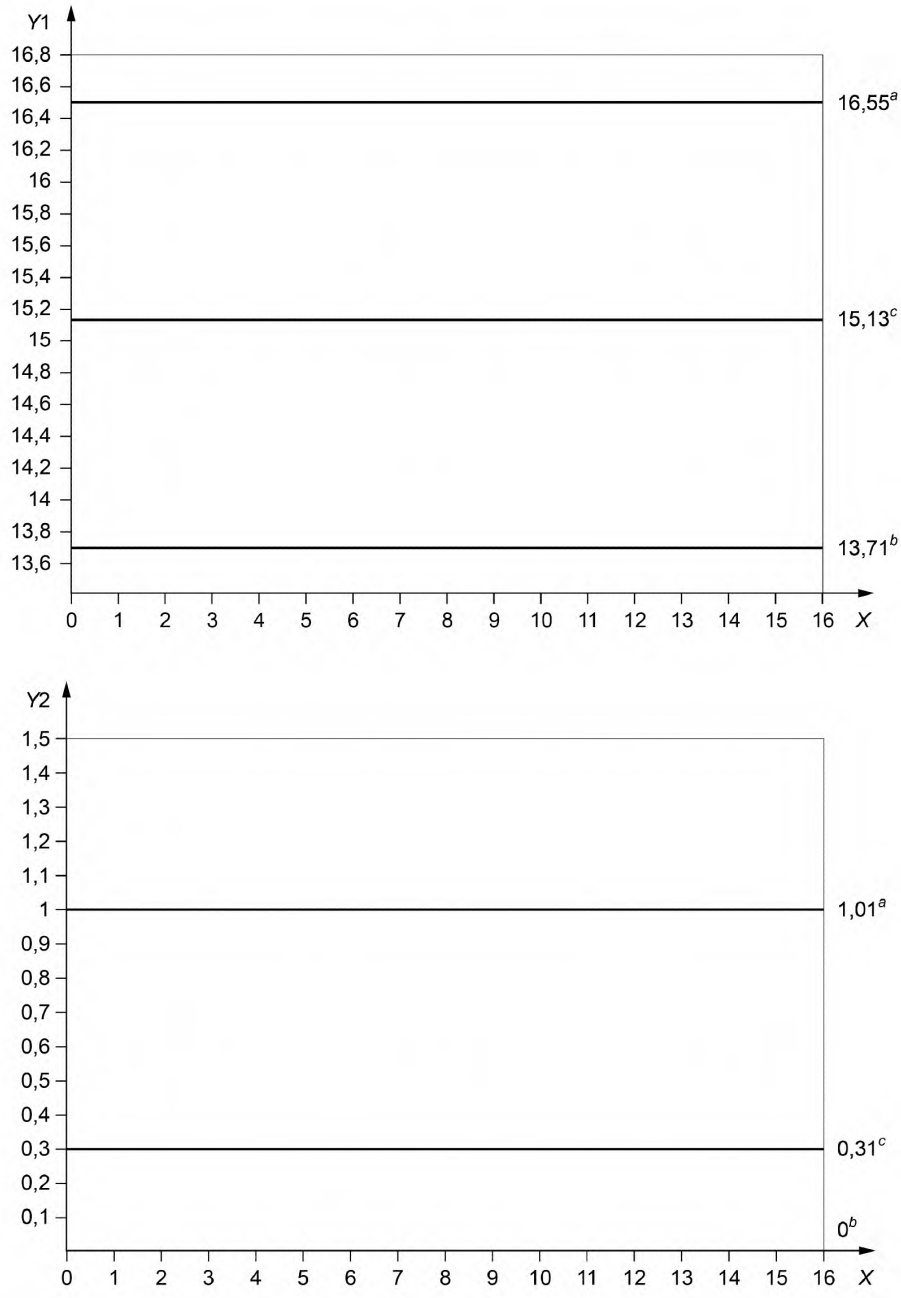
$$UCL_R = 3{,}686 \cdot \sigma_1, \quad \text{(В.13)}$$

где 1,128 — множитель для контрольных границ (*см. нормативный документ**, d_2 для $n = 2$);

0 — множитель для контрольных границ (*см. нормативный документ**, D_1 для $n = 2$);

3,686 — множитель для контрольных границ (*см. нормативный документ**, D_2 для $n = 2$).

* *См. [3].*



X — номер подгруппы;
*Y*1 — безникотинный сухой конденсат, мг;
*Y*2 — скользящий размах;
[a] — UCL;
[b] — LCL;
[c] — центральная линия

Рисунок В.3 — Карта средних и карта скользящих размахов

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Таблица ДА.1

Структура настоящего стандарта	Структура международного стандарта ISO 16055:2012
Приложение ДА Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта	—
Приложение ДБ Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте	—
Примечание — В настоящий стандарт внесены дополнительные приложения ДА и ДБ в соответствии с требованиями, установленными к оформлению межгосударственного стандарта, модифицированного по отношению к международному стандарту ISO.	

Приложение ДБ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДБ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ ISO 3308—2015	IDT	ISO 3308:2012 «Машина обычная лабораторная для прокуривания сигарет (курительная машина) — Определения и стандартные условия»
ГОСТ ИСО 3402—2003	IDT	ISO 3402:1999 «Табак и табачные изделия. Атмосферы для кондиционирования и испытаний»
ГОСТ 30438—2003 (ИСО 3400:1997)	MOD	ISO 3400:1997 «Сигареты. Определение содержания алкалоидов в конденсате дыма. Спектрометрический метод»
ГОСТ 30570—2015 (ISO 10315:2013)	MOD	ISO 10315:2013 «Сигареты. Определение содержания никотина в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии»
ГОСТ 30571—2003 (ISO 4387:2000)	MOD	ISO 4387:2000 «Сигареты. Определение содержания влажного и не содержащего никотин сухого конденсата (смолы) в дыме сигарет с помощью лабораторной курительной машины»
ГОСТ 30622.1—2003 (ИСО 10362-1:1999)	MOD	ISO 10362-1:1999 «Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод газовой хроматографии»
ГОСТ 30622.2—1998 (ИСО 10362-2:1995)	MOD	ISO 10362-2:1995 «Сигареты. Определение содержания воды в конденсате дыма. Метод Карла Фишера»
ГОСТ ИСО 5725-2—2003	IDT	ISO 5725-2:2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»
ГОСТ 31630—2012 (ISO 8454:2007)	MOD	ISO 8454:2007 «Сигареты. Определение содержания монооксида углерода в газовой фазе сигаретного дыма с помощью недисперсного инфракрасного (NDIR) анализатора»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.
- MOD — модифицированные стандарты.

Библиография

[1] *ISO 7870-1:2014* *Control charts. Part 1. General guidelines (Контрольные карты. Часть 1. Общие руководящие указания)*

[2] *ISO 7873:1993* *Control charts for arithmetic average with warning limits (Контрольные карты для арифметического среднего с предупреждающими границами)*

[3] *ISO 7870-2:2013*[*] *Control charts. Part 2. Shewhart control charts (Контрольные карты. Часть 2. Контрольные карты Шухарта)*

[*] *В Российской Федерации действует ГОСТ Р ISO 7870-2:2015 «Статистические методы. Контрольные карты. Часть 2. Контрольные карты Шухарта».*

УДК 663.974.001.4:006.354 МКС 65.160 MOD

Ключевые слова: контрольный образец, контрольная карта, контрольные границы, стабильность аналитических процессов

БЗ 11—2017/289

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 18.12.2017. Подписано в печать 01.02.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,52. Тираж 29 экз. Зак. 72.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru