МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ EN 13130-4— 2015

Материалы и изделия, контактирующие с пищевыми продуктами

ПЛАСТМАССЫ. КОМПОНЕНТЫ С НОРМИРУЕМЫМ СОДЕРЖАНИЕМ

Часть 4

Определение содержания 1,3-бутадиена в пластмассах

(EN 13130-4:2004, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

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	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 июля 2015 г. № 977-ст межгосударственный стандарт ГОСТ EN 13130-4–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен европейскому региональному стандарту EN 13130-4:2004 Materials and articles in contact with foodstuffs – Plastics substances subject to limitation – Part 4: Determination of 1,3-butadiene in plastics (Материалы и изделия, контактирующие с пищевыми продуктами. Компоненты пластмасс с нормируемым содержанием. Часть 4. Определение 1,3-бутадиена в пластмассах).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского регионального стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и европейского регионального стандарта, на который дана ссылка, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2015

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 Сущность метода 1
4 Реагенты 2
5 Аппаратура 2
6 Образцы для испытания 3
6.1 Общие положения 3
6.2 Подготовка образцов для анализа 3
7 Проведение испытания 3
7.1 Подготовка газового хроматографа 3
7.2 Выполнение измерений 4
8 Обработка результатов 4
8.1 Метод расчета 4
8.2 Повторяемость и воспроизводимость 5
9 Подтверждение полученных результатов 6
9.1 Необходимость подтверждения результатов 6
9.2 Подтверждение результатов методом хромато-масс-спектрометрии 6
10 Протокол испытания 6
Приложение А (обязательное) Градуировка по методу добавок 7
Приложение В (обязательное) Ручной ввод пробы 9
Библиография 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам 11

Введение

1,3-Бутадиен (CH_2=CH-CH=CH_2) – мономер, используемый в производстве некоторых пластмасс и изделий из них, которые могут находиться в контакте с пищевыми продуктами. В процессе синтеза сополимеров 1,3-бутадиена некоторое количество мономера может оставаться в полимере и мигрировать в пищевой продукт при контакте с ним.

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

Материалы и изделия, контактирующие с пищевыми продуктами

ПЛАСТМАССЫ. КОМПОНЕНТЫ С НОРМИРУЕМЫМ СОДЕРЖАНИЕМ
Часть 4

Определение содержания 1,3-бутадиена в пластмассах

Materials and articles in contact with foodstuffs. Plastics. Substances subject to limitation. Part 4. Determination of 1,3-butadiene in plastics

Дата введения — 2016—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания мономера бутадиена в полимерах.

Настоящий метод применим для сополимеров акрилонитрил-бутадиен-стирола (АБС), ударопрочного полистирола (УПС), а также для других полимеров и сополимеров 1,3-бутадиена, растворимых, диспергируемых или набухающих в N,N-диметилацетамиде. Содержание мономера выражается в миллиграммах 1,3-бутадиена на килограмм полимера. Метод применим при содержании 1,3-бутадиена в полимере, равном или более 0,1 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

EN 13130-1:2004 Materials and articles in contact with foodstuffs – Plastics substances subject to limitation – Part 1: Guide to test methods for the specific migration of substances from plastics to foods and food simulants and the determination of substances in plastics and the selection of conditions of exposure to food simulants (Материалы и изделия, контактирующие с пищевыми продуктами. Компоненты пластмасс с нормируемым содержанием. Часть 1. Руководство к методам испытания на специфическую миграцию веществ из пластмасс в пищевые продукты и их имитаторы, определение компонентов пластмасс и выбор условий воздействия на пищевые имитаторы)

3 Сущность метода

Содержание 1,3-бутадиена в полимере определяют методом равновесной парофазной газовой хроматографии раствора полимера в N,N-диметилацетамиде с применением автоматизированного пробоотборника и пламенно-ионизационного детектора (ПИД). В качестве внутреннего стандарта используют *n*-пентан. Градуировку по 1,3-бутадиену проводят по методу стандартных добавок.

Если добавка 1,3-бутадиена в раствор полимера влияет на внутренний стандарт – *n*–пентан, градуировку проводят по методу добавок без применения внутреннего стандарта, как описано в приложении А.

Если нет возможности автоматизированного отбора паро-воздушной фазы, необходимо провести его вручную, как описано в приложении В.

Проверку результатов по содержанию 1,3-бутадиена проводят методом хромато-масс-спектрометрии (ГХ/МС).

Издание официальное

4 Реагенты

Предупреждение – Все химические вещества в большей или меньшей степени опасны для здоровья. Настоящий стандарт не содержит инструкции по безопасному обращению с химическими веществами, отвечающие всем требованиям законодательства стран, в которых соблюдается этот стандарт.

4.1 1,3-Бутадиен (CH_2=CH-CH=CH_2) чистотой более 99,5 % масс.

4.2 *n*-Пентан [CH_3-(CH_2)$_3$-CH_3], в котором содержание примесей со временем удерживания, равным времени удерживания 1,3-бутадиена, составляет не более 1 % площади ГХ-пика 1,3-бутадиена.

4.3 N,N-Диметилацетамид [CH_3-CO-N(CH_3)$_2$], плотность d^T=0,9600-0,00094 T, где T – температура, °С. N,N-диметилацетамид, не содержащий примесей со временем удерживания, равным времени удерживания 1,3-бутадиена и *n*-пентана, или содержащий их в количестве, соответствующем менее 1 % площади ГХ-пика 1,3-бутадиена и *n*-пентана.

4.4 Приготовление матричных растворов 1,3-бутадиена в N,N-диметилацетамиде в диапазоне концентраций от 5 до 10 мг/г проводят следующим образом:

a) склянку с мембраной и крышкой вместимостью 50 см^3 (5.4) взвешивают с точностью до 0,01 мг. Пипеткой вносят в склянку 50 см^3 N,N-диметилацетамида (4.3), закрывают склянку крышкой и взвешивают снова с точностью до 0,01 мг. Вставляют в мембрану две иглы от шприцев для введения 1,3-бутадиена и удаления воздуха. Взвешивают еще раз с точностью до 0,01 мг. В вытяжном шкафу с помощью шприца вводят в склянку от 0,3 до 0,5 г 1,3-бутадиена (4.1), барботируя его через N,N-диметилацетамид. Снова взвешивают склянку с иглами с точностью до 0,01 мг и затем удаляют их. Рассчитывают концентрацию 1,3-бутадиена в миллиграммах на грамм раствора;

b) для приготовления второго матричного раствора повторяют действия по перечислению a).

Примечание – При минимальном объеме свободного пространства основные растворы могут храниться при температуре минус 20 °С до восьми недель в склянках, закрытых мембранами и крышками. Продолжительность хранения при температуре 4 °С – не более 1 недели.

4.5 Стандартные растворы 1,3-бутадиена в N,N-диметилацетамиде концентрацией от 0,01 до 0,5 мг/см^3 (что соответствует 0,2 мкг/20 см^3 – 10 мкг/20 см^3, см. примечание к 6.2.2) готовят следующим образом:

a) взвешивают склянку (5.3) с мембраной и крышкой с точностью до 0,01 мг. С помощью пипетки добавляют в склянку от 15 до 20 см^3 N,N-диметилацетамида, закрывают склянку крышкой и взвешивают снова с точностью до 0,01 мг. Добавляют от 0,2 до 5,0 см^3 матричного раствора (4.4), тщательно перемешивают и взвешивают снова с точностью до 0,01 мг. Рассчитывают концентрацию 1,3-бутадиена в микрограммах на грамм раствора либо в микрограммах на 20 см^3 раствора (для расчетов используют плотность, приведенную в 4.3). Для получения разбавленного раствора повторяют процедуры по настоящему подразделу;

b) для приготовления параллельного комплекта стандартных разбавленных растворов повторяют процедуру по перечислению a), используя второй матричный раствор, приготовленный по 4.4, перечисление b).

4.6 Стандартные растворы *n*-пентана (4.2) в N,N-диметилацетамиде (4.3) с известной концентрацией от 0,5 до 2 мг/см^3, что соответствует концентрации 10 мкг/20 см^3 – 40 мкг/20 см^3, готовят, как описано в 4.4, и разбавляют до концентрации аналогично растворам по 4.4. и 4.5.

4.7 Азот чистотой 99,9999 %.

5 Аппаратура

Примечание – Марку аппаратуры или прибора указывают только в том случае, когда они имеют какие-либо особенности или изготовлены в соответствии с определенным техническим заданием. Предполагается использование стандартного лабораторного оборудования.

5.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) и автоматическим пробоотборником равновесной фазы.

5.2 Газохроматографическая колонка, разделяющая N,N-диметилацетамид, 1,3-бутадиен и *n*-пентан таким образом, чтобы пики 1,3-бутадиена и *n*-пентана не перекрывались пиками других компонентов пробы более чем на 1 % площади.

Примечание – Далее приведены примеры газохроматографических колонок, подходящих для проведения анализа 1,3-бутадиена:

a) кварцевая капиллярная колонка длиной 10 м с внутренним диаметром пористого слоя 0,32 мм и толщиной пленочного слоя фазы 10 мкм;

b) набивная предколонка длиной 1 м, диаметром 2 мм, заполненная кварцевыми микросферами размером от 100 до 150 меш, последовательно соединенная с двумя набивными колонками длиной 2 м, диаметром 2 мм. Сорбент – графитизированная сажа с 0,19 % пикриновой кислоты; удельная поверхность – приблизительно 10 $м^3/г$, размер частиц – от 80 до 100 меш;

c) газо-адсорбционный капилляр внутренним диаметром 0,53 мм, длиной 30 м.

5.3 Склянки вместимостью 20 $см^3$ или другой вместимостью, подходящие для автоматического пробоотборника с пробкой из бутилкаучука, силоксанового каучука с тефлоновым покрытием с алюминиевыми зажимами.

5.4 Склянки для образцов вместимостью 50 $см^3$ с крышками, как указано в 5.3.

5.5 Микрошприцы вместимостью 50 $мм^3$ и шприцы вместимостью 5 $см^3$.

6 Образцы для испытания

6.1 Общие положения

Лабораторные образцы потребительских товаров, изготовленных из полимерных материалов, анализируют в соответствии со стандартом EN 13130-1.

6.2 Подготовка образцов для анализа

Примечание – Определение содержания 1,3-бутадиена в полимерах проводят в интервале, близком пределу обнаружения данного метода. Поэтому подготовку образцов для анализа следует проводить с большой осторожностью, чтобы избежать непреднамеренного загрязнения. Рекомендуется следовать следующим правилам:

a) перед загрузкой полимера и N,N-диметилацетамида склянки (5.3) продувают очищенным азотом;

b) во избежание перекрестного загрязнения из-за испарения N,N-диметилацетамид для растворения образца полимера следует хранить в отдельном помещении, которое не используют для подготовки матричных и стандартных растворов.

6.2.1 Образцы для испытания

Склянку (5.3) с мембраной и крышкой взвешивают с точностью до 1 мг. Помещают в склянку (1,00 ± 0,01) г исследуемого образца. Пипеткой вносят 5,00 $см^3$ N,N-диметилацетамида, затем микрошприцем вместимостью 50 $мм^3$ (5.5) вводят 20 $мм^3$ раствора внутреннего стандарта (4.6). Закрывают склянку мембраной и крышкой и герметизируют. Для растворения полимера оставляют склянку с образцом при комнатной температуре на ночь при осторожном перемешивании. Затем, если необходимо, слегка подогревают.

6.2.2 Образцы для градуировки по методу стандартных добавок

Действуют по 6.2.1. Перед растворением образца микрошприцем вместимостью 50 $мм^3$ через мембрану вводят в склянку 20 $мм^3$ стандартного раствора 1,3-бутадиена (4.5) и тщательно перемешивают.

Примечание – Для того чтобы концентрация анализируемых образцов соответствовала диапазону градуировки, в 20 $мм^3$ стандартного раствора должно содержаться не более 10 мкг 1,3-бутадиена.

6.2.3 Холостые растворы

В склянку (5.3) вводят 5,0 $см^3$ N,N-диметилацетамида. Закрывают склянку мембраной и крышкой и герметизируют.

7 Проведение испытания

7.1 Подготовка газового хроматографа

В зависимости от типа хроматографа и используемой для определения содержания 1,3-бутадиена колонки устанавливают соответствующие параметры газового хроматографа.

Примечание – Устанавливают следующие условия хроматографирования с колонкой, указанной в перечислении a) (см. примечание к 5.2):

- температура соединительного капилляра: 150 °С;
- температура термостата: изотермический режим – 50 °С в течение 10 мин, нагрев от 50 °С до 220 °С со скоростью 5 °С/мин, изотермический режим – 220 °С в течение 15 мин;
- температура детектора: 250 °С;
- газ-носитель: гелий, предварительное сжатие – 0,6 бар, скорость газа на выходе из делителя потока – 20 $см^3$/мин;
- газы ПИД: в соответствии с инструкцией производителя.

7.2 Выполнение измерений

Для каждого образца проводят не менее двух параллельных измерений.

Измерения для всех образцов, подготовленных по 6.2, проводят в одинаковых условиях.

До начала проведения измерений проверяют стабильность базовой линии и линейность отклика детектора.

Образцы растворов, подготовленные по 6.2, выдерживают в термостате пробоотборника 60 мин при (90 ± 1) °С для установления равновесия в газовой фазе и затем, следуя программе измерений, проводят отбор проб (продолжительность отбора пробы – 12 с).

Пики 1,3-бутадиена и *n*-пентана идентифицируют по времени удерживания. Измеряют высоту или площадь пиков и распечатывают данные.

В условиях, указанных в 7.1, время удерживания 1,3-бутадиена составляет 15 мин, *n*-пентана – 24 мин.

При определении пиков следует обратить внимание на возможность мешающих влияний других углеводородов C_4. Во время предварительных испытаний было установлено, что пик 1,3-бутадиена может быть перекрыт следующими соединениями:

- транс-бутеном – в случае использования набивной колонки, описанной в примечании к 5.2, перечисление b);
- 1-бутеном и изо-бутеном при использовании капиллярной колонки, описанной в примечании к 5.2, перечисление a).

Восстановление исходной базовой линии после выхода N,N-диметилацетамида из колонки по примечанию к 5.2, перечисление a), происходит примерно через 70 мин.

8 Обработка результатов

8.1 Метод расчета

Примечание – Проведение описанных далее расчетов предполагает, что для всех измерений использовали раствор испытуемого полимера одних и тех же объема и концентрации. Например, 1,00 г образца полимера растворен в 5,00 см3 N,N-диметилацетамида. Для внутреннего стандарта также было использовано одно и то же количество стандартного раствора, например была добавлена одна и та же масса внутреннего стандарта.

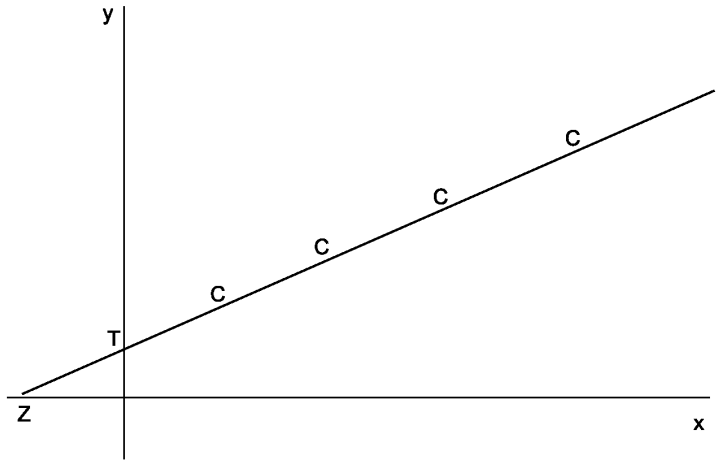
8.1.1 Влияющие факторы

Если для испытуемого образца (см. 6.2.1) без добавки *n*-пентана в области хроматограммы, соответствующей пику *n*-пентана, обнаружены дополнительные пики, площадь которых составляет более 10 % площади пика *n*-пентана для градуировочных растворов (см. 6.2.2), и если анализ параллельных образцов показывает изменение этих площадей более чем на ± 20 % по абсолютной величине, следует применить метод обычной градуировки, описанный в приложении А.

8.1.2 Определение содержания 1,3-бутадиена в полимере

8.1.2.1 Общие положения

Градуировочный график (см. рисунок 1) строят, используя зависимость полученных для градуировочных растворов (см. 6.2.2) отношений площади пика 1,3-бутадиена к площади пика n-пентана от концентрации 1,3-бутадиена, добавленного к раствору для анализа, в миллиграммах на килограмм.



ось *x* – количество 1,3-бутадиена, добавленного к градуировочному раствору, мг/кг; ось *y* – отношение площади пика 1,3-бутадиена к площади пика n-пентана; *T* – отношение площадей пиков, соответствующее испытуемому образцу; *C* – отношения площадей пиков градуировочных растворов; *Z* – точка пересечения, соответствующая концентрации 1,3-бутадиена

Рисунок 1 – Градуировочный график

8.1.2.2 Получение результатов из графика

Концентрацию 1,3-бутадиена в испытуемом образце (см. 6.2.1.) определяют обратной экстраполяцией градуировочной кривой на ось *x*, где точка пересечения *Z* соответствует искомой концентрации 1,3-бутадиена.

8.1.2.3 Расчет по параметрам регрессии

Рассчитывают линию линейной регрессии для градуировочного графика, включая значение *T*

$$y=ax+b, \quad (1)$$

где *y* – отношение площади пика 1,3-бутадиена к площади пика *n*- пентана;

a – наклон линии регрессии;

x – концентрация 1,3-бутадиена в полимере, мг/кг;

b – точка пересечения оси и линии регрессии.

Содержание 1,3-бутадиена в испытуемом образце можно получить, исходя из параметров регрессии *a* и *b* в соответствии с уравнением

$$C_{\text{бут}} = \frac{a}{b}, \quad (2)$$

где $C_{\text{бут}}$ – содержание 1,3-бутадиена в испытуемом образце, мг/кг;

a – угол наклона линии регрессии;

b – пересечение линии регрессии.

Оба способа позволяют получить содержание 1,3-бутадиена в полимере, выраженное в миллиграммах 1,3-бутадиена на 1 килограмм полимера.

8.2 Повторяемость и воспроизводимость

8.2.1 Проверка применимости метода

Для проверки применимости настоящего метода были проведены межлабораторные испытания сополимера АБС. Каждый из 9 испытателей определил концентрацию 1,3-бутадиена в образце сополимера 5 раз. В результате было определено среднее содержание 1,3-бутадиена, равное 1,04 мг/кг полимера.

8.2.2 Повторяемость и воспроизводимость

Оценка результатов межлабораторных испытаний с вероятностью 95 % дала следующие результаты:

- повторяемость *r* – 0,15 мг 1,3-бутадиена на килограмм полимера;

- воспроизводимость R – 0,51 мг 1,3-бутадиена на килограмм полимера.

8.2.3 Предел обнаружения

Внутрилабораторные пределы обнаружения (ПО), найденные по результатам градуировки в соответствии с EN 32645, находятся в интервале от 0,056 до 0,108 мг/кг полимера. Таким образом, данный метод позволяет количественно определить1,3-бутадиен при минимальном его содержании в полимере 0,10 мг/кг, который рассматривается как межлабораторный предел обнаружения.

9 Подтверждение полученных результатов

9.1 Необходимость подтверждения результатов

При концентрации остаточного 1,3-бутадиена в полимере, определенной в соответствии с 8.1 и превышающей допускаемое значение, равное 1 мг/кг, необходимо подтвердить полученные результаты согласно 9.2. В данном случае подтверждение необходимо, если количества миграции исследованного материала или изделия равно или больше 1 мг/кг.

9.2 Подтверждение результатов методом хромато-масс-спектрометрии

Повторный анализ образцов для испытания (см. 6.2.1), градуировочных (см. 6.2.2) и холостых растворов (см. 6.2.3) проводят в выбранных условиях. Проверяют отношение массы к заряду *m/z* для ионов 39, 53 и 54 1,3-бутадиена и 72 и 57 для *n*-пентана. Максимальное соотношение интенсивностей масс 53/54 1,3-бутадиена для испытуемого образца должно совпадать с соотношением пиков этих же масс для градуировочного раствора. Это соотношение составляет 0,75/1. Площади пиков 1,3-бутадиена и пентана рассчитывают, умножая ширину пика на половине его высоты на его максимальную высоту или на высоту в пределах 2 % отклонения от абсолютного времени удерживания стандарта, выбирая меньшее значение. Рассчитанные таким образом соотношения площадей используют для определения содержания 1,3-бутадиена в полимере в соответствии с 8.1.2.1.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) всю информацию, необходимую для идентификации образца;

c) форму изделия из пластмассы или материала;

d) тип пищевого продукта, с которым может контактировать образец при использовании. Если известно, необходимо указать классификационный номер пищевого продукта в соответствии с таблицей 2 стандарта EN 13130-1;

e) предполагаемые условия использования, если они известны;

f) отклонения от стандартного метода, причины таких отклонений;

g) особые требования частей серии стандартов ГОСТ EN 13130;

h) любые комментарии по результатам испытаний;

i) информацию о проведении процедуры подтверждения правильности результатов испытаний;

j) допустимое количество миграции вещества, т. е. 1 мг на килограмм материала или изделия;

k) наименование лаборатории, проводившей испытание, и имя оператора;

l) дату изготовления и способ изготовления образца, дату проведения анализа, а также информацию об условиях хранения образца;

m) результат каждого испытания, средний результат двух или более определений, удовлетворяющих условиям повторяемости, изложенным в 8.2.2, выраженный в миллиграммах 1,3-бутадиена на килограмм полимера.

Приложение А
(обязательное)

Градуировка по методу добавок

А.1 Общие сведения

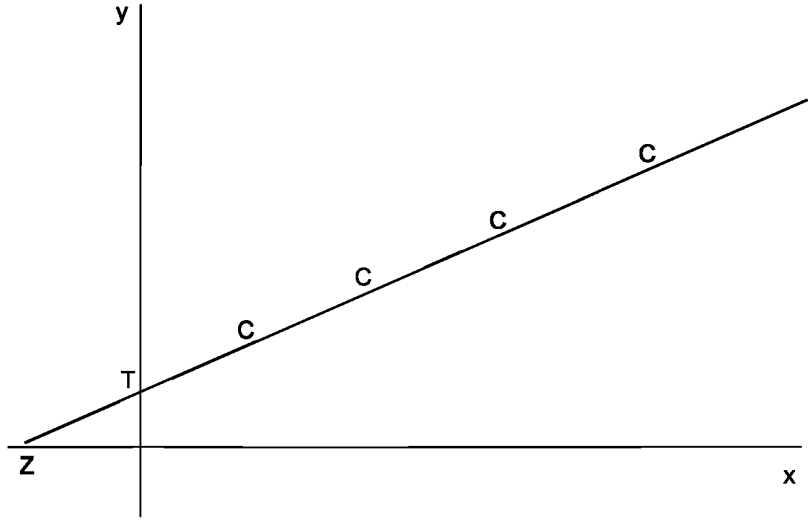
Если при использовании внутреннего стандарта выявлены какие-либо мешающие влияния, градуировку осуществляют по методу добавок без добавления внутреннего стандарта. Градуировку проводят так же, как описано в настоящем стандарте, за исключением добавления внутреннего стандарта к растворам для градуировки и исследуемым образцам.

Обработку данных проводят аналогично процедуре, описанной в 8.1.2.1 настоящего стандарта.

Примечание – При необходимости из площади пиков 1,3-бутадиена вычитают площади пиков холостого раствора N,N-диметилацетамида.

А.2 Построение градуировочного графика

Градуировочный график (рисунок А.1) строят, откладывая по оси ординат площади пиков 1,3-бутадиена, полученные для градуировочных растворов, а по оси абсцисс – концентрацию 1,3-бутадиена, добавленного в растворы исследуемого образца.



x – концентрация 1,3-бутадиена, добавленного к образцу, мг/кг; *y* – площадь пика градуировочных растворов; *T* – площадь пика, соответствующая исследуемому образцу; *C* – площади пиков градуировочных растворов; *Z* – точка пересечения, соответствующая концентрации 1,3-бутадиена

Рисунок А.1 – Градуировочный график

А.3 Получение результата из градуировочного графика

Концентрацию 1,3-бутадиена в исследованном образце определяют, используя градуировочный график, с помощью обратной экстраполяции на ось *x*, величина отрезка *Z* равна концентрации 1,3-бутадиена.

А.4 Расчет по параметрам регрессии

Линию регрессии рассчитывают по градуировочному графику, включая значение *T*

$$y=ax+b, \qquad (A.1)$$

где *y* – площадь пика 1,3-бутадиена;

a – наклон прямой регрессии;

x – концентрация 1,3-бутадиена в полимере, мг/кг;

b – точка пересечения оси с прямой регрессии.

Концентрацию 1,3-бутадиена в исследованном образце рассчитывают по параметрам регрессии *a* и *b* согласно формуле

$$C_{\text{бут}} = \frac{a}{b}, \qquad \text{(A.2)}$$

где $C_{\text{бут}}$ – концентрация 1,3-бутадиена в исследованном образце полимера, мг/кг;

a – наклон прямой регрессии;

b – точка пересечения с прямой регрессии.

Оба способа позволяют определить концентрацию 1,3-бутадиена в исследуемом материале в миллиграммах 1,3-бутадиена на килограмм полимера.

Приложение В
(обязательное)

Ручной ввод пробы

При отсутствии автоматического пробоотборника для отбора равновесной газовой фазы допустимо применение ручного ввода пробы при условии соблюдения критерия повторяемости, указанного в 8.2.2 настоящего стандарта.

Ввод пробы: подготовленные по 6.2.1 образцы для испытания выдерживают в водяной ванне в течение 1 ч при постоянной температуре (90 ± 1) °С. Затем с помощью предварительно нагретого до температуры 100 °С или обогреваемого шприца, отбирают аликвоту – 1 или 2 $см^3$ из свободного пространства над пробой. Для этого прокалывают иглой мембрану и несколько раз перемещают поршень вверх-вниз для отбора пробы. Вводят пробу в ГХ. Емкость для проб должна быть термостатирована в течение всего времени анализа.

Библиография

[1] Комиссия Европейского Сообщества, Директива Комиссии 2002/72/ЕС от 6 августа 2002 г. о материалах и предметах из пластмассы, контактирующих с пищевыми продуктами, Официальный журнал Европейского Сообщества, 15 августа 2002 г., № L 220, с. 18

[2] Комиссия Европейского Сообщества, Директива Совета от 21 декабря 1988 г. о сближении законов стран-участниц ЕС, касающихся материалов и предметов, контактирующих с пищевыми продуктами (89/109/EEC), Официальный журнал Европейского Сообщества, 11 февраля 1989 года, № L 40, с. 38

[3] Комиссия Европейского Сообщества, Директива Совета от 18 октября 1982 г., устанавливающая базовые правила, необходимые для испытания миграции компонентов материалов и предметов из пластмассы, контактирующих с пищевыми продуктами (82/711/EEC), Официальный журнал Европейского Сообщества, 23 октября 1982 г., № L 297, с. 26

[4] Комиссия Европейского Сообщества, Директива Комиссии от 15 марта 1993 г., вносящая изменение в Директиву Совета 82/711/EEC, устанавливающую базовые правила, необходимые для испытания миграции компонентов материалов и предметов из пластмассы, контактирующих с пищевыми продуктами (93/8/EEC), Официальный журнал Европейского Сообщества, 14 апреля 1993 г., № L 90, с. 22

[5] Комиссия Европейского Сообщества, Директива Комиссии 97/48/ЕС от 29 июля 1997 г., вносящая изменение в Директиву Совета 82/711/EEC, устанавливающую базовые правила, необходимые для испытания миграции компонентов материалов и предметов из пластмассы, контактирующих с пищевыми продуктами, Официальный журнал Европейского Сообщества, 12 августа 1997 г., № L 222, с. 10

[6] Комиссия Европейского Сообщества, Директива Совета от 19 декабря 1985 г., устанавливающая перечень имитаторов для использования в процессе испытаний миграции компонентов материалов и предметов из пластмассы, контактирующих с пищевыми продуктами (85/572/EEC), Официальный журнал Европейского Сообщества, 31 декабря 1985 г., № L 372, с. 14

[7] DIN 32645; Химический анализ; границы распознавания, регистрации и определения; оценка в условиях повторяемости; термины и определения, методы, оценка.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным европейским региональным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование европейского регионального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
EN 13130-1:2004 Материалы и изделия, контактирующие с пищевыми продуктами. Компоненты пластмасс с нормируемым содержанием. Часть 1. Руководство к методам испытания на специфическую миграцию веществ из пластмасс в пищевые продукты и их имитаторы, определение компонентов пластмасс и выбор условий воздействия на пищевые имитаторы	–	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

УДК 678.5.01:006.354 МКС 67.250 IDT

Ключевые слова: материалы и изделия, контактирующие с пищевыми продуктами, пищевые продукты, пластмассы, компоненты с нормируемым содержанием, контейнеры, упаковка, определение миграции, мономеры, 1,3-бутадиен, газовая хроматография, метод стандартных добавок, матричные растворы, стандартные растворы

Редактор *В.М. Костылева*
Технический редактор *А.Б. Заварзина*
Корректор *В.Г. Смолин*
Компьютерная верстка *Д.Е. Першин*

Сдано в набор 24.09.2015. Подписано в печать 8.10.2015. Формат 60x841/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,67. Тираж 32 экз. Зак. 3371.

Набрано в ООО «Академиздат».
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во
ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
gost.e-ecolog.ru