



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
34166—
2017

УПАКОВКА
Определение содержания бенз(а)пирена
в воздушной среде

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 13338
14 июня 2017 г.



Предисловие

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

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

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

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

За принятие стандарта проголосовали:

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

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе СТБ ИСО 16362—2006 «Воздух атмосферный. Определение сорбированных на твердых частицах полициклических ароматических углеводородов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УПАКОВКА

Определение содержания бенз(а)пирена в воздушной среде

Packing

Determination of benz(a)pyrene content in the air medium

Дата введения -

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

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания бенз(а)пирена, выделяющегося из образца упаковки (упаковочных средств) в воздушную среду, в диапазоне значений от 0,000 025 до 0,000 100 мг/м³.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

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

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

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

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

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

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

3.3 контрольная проба: Проба воздуха, отобранная из стеклянной емкости (эксикатора), не содержащей образец.

4 Сущность метода

4.1 Метод определения концентрации бенз(а)пирена, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, основан на протягивании воздушной вытяжки из стеклянной емкости (эксикатора) с образцом упаковки (укупорочным средством) через фильтр АФА-ХА-20 с последующей экстракцией определяемого вещества органическим растворителем, концентрировании, растворении в объеме подвижной фазы и определении на жидкостном хроматографе с флуоресцентным детектором.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и лабораторная посуда

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

5.1.2 Весы лабораторные специального класса точности — по ГОСТ OIML R 76-1, с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более $\pm 0,0005$ г, с пределом взвешивания 210 г.

5.1.3 Автоматический пробоотборник воздуха с основной приведенной погрешностью задания расхода в каждой точке не более ± 5 % и основной относительной погрешностью измерения времени не больше $\pm 0,5$ %.

5.1.4 Эксикатор 1-250 — по ГОСТ 25336 или стеклянная емкость с крышкой, имеющие две отводные трубки (см. рисунок А.1 (приложение А)).

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

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

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

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

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

5.1.10 Вакуумное устройство для фильтрования растворителей (например, производства Agilent Technologies, США) ¹⁾.

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

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

5.1.13 Ротационный испаритель с вакуумным контроллером.

5.1.14 Баня ультразвуковая вместимостью 18,7 дм³, мощностью ультразвука 860 Вт.

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

5.1.16 Барометр-анероид с диапазоном измерений от 80 до 106 кПа, с пределами рабочей допускаемой погрешности $\pm 0,2$ кПа (например, БАММ-1) ¹⁾.

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

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

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

5.1.18 Стеклоанный флакон с пластиковой завинчивающейся крышкой объемом 50 см³.

5.2 Реактивы и материалы

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

5.2.2 Ацетонитрил для ВЭЖХ.

5.2.3 Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

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

5.2.4 Гексан для ВЭЖХ.

5.2.5 Фильтры АФА-ХА-20 с площадью рабочей поверхности фильтра 20 см² и допустимой воздушной нагрузкой на фильтр 100 дм³/мин.

5.2.6 Фильтродержатель ИРА-20-1, тип открытый, площадь используемого фильтра 20 см³.

6 Требования безопасности

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

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

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

7 Требования к квалификации оператора

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

8 Условия выполнения измерений

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

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

9 Подготовка к проведению измерений

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

9.1 Подготовка измерительного оборудования

9.1.1 Систему жидкостного хроматографа настраивают согласно инструкции по его эксплуатации.

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

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

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

9.2 Приготовление растворов

9.2.1 Приготовление основного раствора бенз(а)пирена с массовой концентрацией 100 мкг/см³

Взвешивают навеску бенз(а)пирена массой около 0,010 0 г с точностью 0,000 5 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве ацетонитрила и доводят ацетонитрилом до метки. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию бенз(а)пирена в растворе C , мкг/см³, рассчитывают по формуле

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

где m — масса навески бенз(а)пирена, г;

p — содержание бенз(а)пирена в долях единицы;

V — вместимость мерной колбы, см³;

10^6 — коэффициент пересчета граммов в микрограммы.

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

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

9.2.2 Приготовление рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией бенз(а)пирена 5,0 мкг/см³

В мерную колбу вместимостью 100,0 см³ вносят 5,0 см³ основного раствора бенз(а)пирена с массовой концентрацией 100,0 мкг/см³ и доводят до метки ацетонитрилом.

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

9.2.3 Приготовление рабочего раствора № 2 с массовой концентрацией бенз(а)пирена 0,05 мкг/см³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 1,0 см³ рабочего раствора № 1 с массовой концентрацией 5,0 мкг/см³ и доводят до метки ацетонитрилом.

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

9.2.4 Приготовление градуировочных растворов бенз(а)пирена

Для получения серии градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0,50; 0,80; 1,00; 1,50; 2,00 см³ рабочего раствора № 2. Объем растворов доводят до 50 см³ ацетонитрилом. Получают серию градуировочных растворов с массовыми концентрациями бенз(а)пирена: 0,000 5; 0,000 8; 0,001; 0,001 5; 0,002 мкг/см³.

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

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

9.2.5 Приготовление подвижной фазы

В стеклянном стакане вместимостью 1 дм³ смешивают ацетонитрил и дистиллированную воду в соотношении 98 : 2 по объему. Полученный элюент фильтруют с помощью вакуумного устройства для фильтрования растворителей через нейлоновый мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

9.3 Установление градуировочной характеристики

9.3.1 Построение градуировочного графика

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

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

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

Градуировочный график представляет собой линейную зависимость площади пика от массовой концентрации бенз(а)пирена в диапазоне от 0,000 5 до 0,002 мкг/см³ и имеет вид $Y = bx$.

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

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

9.3.2 Контроль градуировочного графика

Контроль градуировочного графика осуществляют каждый раз перед началом измерений по градуировочному раствору бенз(а)пирена с массовой концентрацией $0,0005 \text{ мкг/см}^3$. Относительное расхождение между измеренной массовой концентрацией в градуировочном растворе и его фактической концентрацией, выраженное в процентах, не должно превышать значение норматива стабильности градуировочного графика, которое составляет 3,0 %.

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

9.4 Подготовка проб к измерениям

При использовании эксикатора исполнения 1 по ГОСТ 25336 (пункт 5.1.4) из крышки эксикатора удаляют вакуумный кран и вставляют резиновую пробку, в которую помещают две стеклянные отводные трубки. Трубки размещают таким образом, чтобы одна трубка немного не доходила до дна эксикатора, а вторая оканчивалась под пробкой, с таким расчетом, чтобы при отборе пробы воздуха протягиваемый воздух проходил через всю емкость.

Отводные трубки закрывают подходящими заглушками для предотвращения воздухообмена. Образец помещают в стеклянную емкость (эксикатор). Соотношение общей площади всех поверхностей образца упаковки (укупорочного средства) и фактической вместимости стеклянной емкости (эксикатора) должно составлять $1 : 2,5 \text{ см}^2/\text{см}^3$. Фактическую вместимость стеклянной емкости (эксикатора) определяют путем заполнения стеклянной емкости (эксикатора) и при необходимости применяемой крышки водой с помощью мерных цилиндров соответствующей вместимости и суммированием полученных объемов.

При проведении испытания образца упаковки (укупорочных средств), изготовленного из комбинированных материалов, определение проводят только из слоя, непосредственно контактирующего с упаковываемой продукцией. Например, подготовленные образцы упаковки одинакового размера накладывают друг на друга сторонами, не контактирующими с упакованным продуктом, торцы образцов изолируют по периметру материалом, не содержащим определяемое вещество (например, алюминиевой фольгой).

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

Для проведения испытания используют два образца упаковки, которые помещают в разные эксикаторы. Для каждого образца проводят два параллельных определения.

После соответствующей экспозиции открывают заглушки и через емкость с образцом (эксикатор) аспирируют воздух автоматическим пробоотборником воздуха с объемным расходом $0,5 \text{ дм}^3/\text{мин}$ через фильтр АФА-ХА-20.

Количество протягиваемого воздуха должно быть в два раза больше фактической вместимости стеклянной емкости (эксикатора).

Контрольную пробу воздуха отбирают автоматическим пробоотборником воздуха из стеклянной емкости (эксикатора) без образца, выдержанной в аналогичных с испытуемым образцом условиях.

10 Проведение измерений

10.1 Фильтры с отобранной пробой воздуха измельчают ножницами на куски размером приблизительно $0,3 \text{ см}^2$, помещают во флакон с завинчивающейся крышкой, заливают 5 см^3 гексана, помещают в ультразвуковую баню на 15 мин при температуре $25 \text{ }^\circ\text{C}$. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Экстракцию повторяют два раза.

Экстракты объединяют и упаривают в круглодонной колбе вместимостью 50 см^3 на ротационном испарителе при температуре $40 \text{ }^\circ\text{C}$ до $0,3\text{--}0,5 \text{ см}^3$, далее пробу отдувают в токе воздуха досуха, сухой остаток растворяют в $0,5 \text{ см}^3$ подвижной фазы для ВЭЖХ и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в 10.2. Каждый экстракт хроматографируют два раза.

Предварительно хроматографируют контрольную пробу воздуха (см. 9.4).

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

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

При использовании жидкостного хроматографа ThermoScientific (США) и колонки ZorbaxEclipseXDB C18 (см. 5.1.12) наиболее подходящими являются следующие условия хроматографирования:

- объем вводимой пробы — 10–20 мм³;
- температура колонки — 35 °С;
- скорость подвижной фазы — 0,9 см³/мин;
- состав подвижной фазы ацетонитрил : вода — 98 : 2;
- ориентировочное время удерживания бенз(а)пирена — (4,2 ± 0,2) мин;
- детектор — флуоресцентный;
- длина волны возбуждения — 290 нм;
- длина волны испускания — 430 нм.

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

11 Обработка результатов

Массовую концентрацию бенз(а)пирена в экстракте C , мкг/см³, определяют по градуировочному графику с использованием программного обеспечения прибора.

Массовую концентрацию бенз(а)пирена $X_{пр}$, мг/м³, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, вычисляют по формуле

$$X_{пр} = \frac{C \times V}{V_0} - \frac{C_k \times V}{V_0}, \quad (2)$$

где C — среднеарифметическое значение массовой концентрации бенз(а)пирена в соответствии с 10.1, найденное по соответствующему градуировочному графику, мкг/см³;

C_k — среднее арифметическое значение массовой концентрации бенз(а)пирена в контрольной пробе, найденное по градуировочному графику, мкг/см³;

V — объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³ (0,5 см³);

V_0 — фактическая вместимость эксикатора, дм³.

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

$$\bar{X} = \frac{X_{пр1} + X_{пр2}}{2}, \quad (3)$$

где $X_{пр1}$, $X_{пр2}$ — среднеарифметическое значение массовых концентраций бенз(а)пирена в двух параллельных воздушных вытяжках из одного образца упаковки (укупорочного средства), мг/м³.

12 Оформление результатов измерений

Окончательный результат измерения концентрации бенз(а)пирена, выделяемого образцом упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, представляют в следующем виде:

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

где $U(X)$ — абсолютное значение максимальной расширенной неопределенности результата измерений \bar{X} , мг/дм³, рассчитанное по формуле

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

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

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

За отсутствие принимается массовая концентрация бенз(а)пирена, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. раздел 1).

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Метрологические характеристики метода

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

Т а б л и ц а 1 — Пределы повторяемости и промежуточной прецизионности метода

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости r , %	Предел промежуточной прецизионности $r_{(ГО)}$, %	Максимальная расширенная неопределенность, %
0,000 025–0,000 100	12	23	33

13.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

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

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

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

$$\frac{|X_1 - X_2| \times 100}{\bar{X}} \leq r, \quad (6)$$

где X_1, X_2 — значение результатов параллельных определений концентраций бенз(а)пирена в условиях повторяемости, мг/м³;

\bar{X} — среднее значение результатов двух параллельных определений;

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

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

13.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

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

Значение абсолютной разности между двумя результатами определения концентраций бенз(а)пирена, полученными в условиях промежуточной прецизионности, не должно превышать абсолютное значение предела промежуточной прецизионности $r_{(ГО)}$.

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

$$\frac{|X_1 - X_2| \times 100}{\bar{X}} \leq r_{(ГО)}, \quad (7)$$

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

X_1, X_2 — значения двух определений концентраций бенз(а)пирена, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мг/м³;

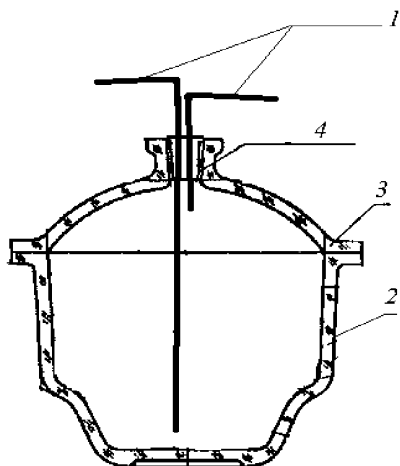
\bar{X} — среднееарифметическое значение результатов двух измерений, мг/дм³.

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

14 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующее:

- a) ссылку на настоящий стандарт;
- b) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образца упаковки (упаковочного средства);
- c) информацию, касающуюся подготовки проб к измерениям в соответствии с 9.4;
- d) концентрацию бенз(а)пирена, рассчитанную и выраженную в соответствии с разделом 11, или указание об отсутствии бенз(а)пирена.
- e) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

Приложение А
(справочное)

1 — стеклянные трубки; 2 — корпус; 3 — крышка с отверстием; 4 — резиновая пробка

Рисунок А.1 — Стеклянная емкость (эксикатор), имеющая две отводные трубки,
используемая для приготовления воздушной вытяжки

Библиография

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

УДК 621.798.08(083.74)(476)

МКС 71.040.99; 55.020

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