*Изображение государственного Герба Республики Казахстан*

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**УПАКОВКА ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ.**

**Измерение бензола в водной вытяжке фотометрическим методом**

**СТ РК**

*Настоящий стандарт не подлежит применению до его утверждения*

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Астана**

**Предисловие**

**1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан от \_\_\_\_\_

**3** В настоящем стандарте реализованы нормы ТР ТС (005/2011) «О безопасности упаковки».

**4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом каталоге «Документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях стандартов. В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в периодически издаваемых информационных указателях стандартов*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Содержание**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | Область применения | 1 |
| 2 | Нормативные ссылки | 1 |
| 3 | Термины и определения | 2 |
| 4 | Сущность метода измерения | 2 |
| 5 | Метрологические характеристики измерений | 2 |
| 6 | Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы | 2 |
| 7 | Требования безопасности и охраны окружающей среды | 3 |
| 8 | Требования к квалификации операторов | 3 |
| 9 | Условия проведения измерений | 4 |
| 10 | Отбор и хранение проб | 4 |
| 11 | Подготовка к выполнению измерений | 4 |
| 12 | Выполнение измерений | 6 |
| 13 | Обработка и представление результата измерений | 7 |
| 14 | Контроль точности измерений | 7 |
| Библиография | | 9 |

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**УПАКОВКА ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ.**

**Измерение бензола в водной вытяжке фотометрическим методом \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

**Дата введения \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

# 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на упаковку для контакта с пищевыми продуктами и устанавливает требования к проведению измерения массовой концентрации бензола в водной вытяжке фотометрическим методом, в диапазоне от 0,05 до 2,5 мкг/дм3 в целях оценки соответствия требованиям гигиенической безопасности, установленным в ТР ТС 005/2011.

Положения настоящего стандарта предназначены для метрологического обеспечения измерений, в соответствии с [1] - [2].

# 2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы по стандартизации:

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

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ 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 12.2.007.0-75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия.

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия.

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

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 (СТ СЭВ 3856-82) Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4217-77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия.

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия.

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 5789-78 Реактивы. Толуол. Технические условия.

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия.

ГОСТ 5955-75 Реактивы. Бензол. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

РМГ 76-2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ 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 применяются термины по [2].

**4 Сущность метода измерения**

Метод измерений основан на нитровании бензола и последующем фотометрическом измерении окрашенного в фиолетовый цвет продукта, образующегося при реакции динитробензола со щелочью в толуольно-ацетоновом растворе.

**5 Метрологические характеристики**

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

**Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих (Р=0,95)**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений массовой концентрации бензола, мкг/дм3 | Показатель повторяемости  *σr*, % | Показатель воспроизводимости *σR,* % | Показатель точности  (границы погрешности при вероятности Р=0,95)  ± *δ\**, % |
| От 0,05 до 2,5 включ. | 6 | 9 | 20 |
| \* Показатель точности в виде относительной погрешности результата измерений *δ* с доверительной вероятностью 0,95 соответствует расширенной неопределенности *U* при коэффициенте охвата *k* = 2 для уровня доверия 0,95 | | | |

**6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы**

6.1 Средства измерений, посуда, вспомогательные устройства и материалы

Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, КФК-2 и др.).

Весы лабораторные с НПВ 220 г высокого класса точности по ГОСТ 24104.

Государственный стандартный образец состава бензола ГСО 7141-95 (далее - ГСО).

Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а вместимостью 25 см3, 50 см3, 100 см3 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 3 вместимостью 1 см3, 2 см3, 5 см3, 10 см3 по ГОСТ 29227-91.

Цилиндры мерные исполнения 1,3 вместимостью 10 см3, 25 см3, 100 см3 по ГОСТ 1770.

Воронки делительные тип ВД исполнения 1 вместимостью 100 см3, 250 см3, 1000 см3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2 или плоскодонные П-2, ТХС, вместимостью 50 дм3, 1000 см3 по ГОСТ 25336.

Пробирки П1, диаметром 12 мм, высотой 60 мм по ГОСТ 25336.

Пробки резиновые диаметром 12,5 мм.

Вата медицинская гигроскипическая по ГОСТ 5556.

Склянки для хранения проб вместимостью 1 дм3 с завинчивающейся пробкой и полиэтиленовым вкладышем.

Баня водяная любого типа.

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий температуру от 2 °С до 5 °С.

6.2 Реактивы и растворы

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955.

Серная кислота концентрированная, х.ч., ГОСТ 4204.

Калий азотнокислый, х.ч., ГОСТ 4217.

Калий двуххромовокислый, ГОСТ 4220, х.ч., 7,5 %-ный раствор.

Толуол, ч.д.а., ГОСТ 5789, бесцветный.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603.

Натрия гидроокись (натр едкий), х.ч., ГОСТ 4328, 0,1 н раствор, 50 %-ный раствор.

Натрий углекислый безводный (сода), х.ч., ГОСТ 83, 2 %-ный раствор, подкрашенный фенолфталеином до розового цвета.

Уксусная кислота, х.ч., ГОСТ 61, 10 %-ный раствор.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, 60 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования, посуды, материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных и химических реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

**7 Требования безопасности и охраны окружающей среды**

7.1 При выполнении измерений соблюдают:

* общие требования безопасности по ГОСТ 12.1.007;
* требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.2.007.0;
* требования по пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004;
* инструкцию по технике безопасности, действующую в лаборатории.

7.2 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных в ГОСТ 12.1.005.

7.3 Неиспользованные реактивы и отработанные растворы утилизируют в порядке, установленном в лаборатории.

**8 Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, отвечающих квалификационным требованиям и получивших допуск к работе в порядке, установленном в лаборатории.

**9 Условия проведения измерений**

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22 ± 5) °С;

- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);

- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;

- напряжение в сети (220 ± 10) В;

- частота переменного тока в сети питания (50 ± 1) Гц.

**10 Отбор и хранение проб**

Для испытания отбирают количество изделий упаковки, необходимое для получения 1 дм3 вытяжки, исходя из соотношения площади поверхности образца к объему модельной среды 1:1.

Пробы отбирают в склянки с завинчивающимися пробками вместимостью 1 дм3. Анализ проб желательно выполнить не позднее 4 ч с момента отбора пробы. В течение суток пробы можно хранить в холодильнике при температуре не выше 5 °С.

**11 Подготовка к выполнению измерений**

**11.1 Приготовление растворов**

11.1.1 Нитрационная смесь: 10 г калия азотнокислого растворяют в 100 см3 концентрированной серной кислоты.

11.1.2 Стандартный раствор бензола: в мерную колбу вместимостью 25 см3 вносят 10-15 см3 нитрационной смеси, взвешивают. Добавляют 0,05 см3 бензола (ГСО или реактив), взвешивают и доводят объем до метки нитрационной смесью. По результатам взвешиваний рассчитывают концентрацию вещества в мкг/см3.

11.1.3 Толуольный экстракт бензола №1 с концентрацией бензола 50 мкг/см3 готовят следующим образом: в пробирку вносят пипеткой 2 см3 стандартного раствора бензола и 1 см3 7,5 %-ного раствора бихромата калия. Растворы перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане 30 минут. Затем содержимое пробирки сливают в колбу, содержащую 10 см3 воды, пробирку ополаскивают 2 раза по 3-5 см3 воды. После охлаждения раствор из колбы переносят в делительную воронку. В воронку вносят толуол из расчета 1 см3 толуола на 50 мкг бензола, содержащегося в воронке в виде динитросоединения и энергично встряхивают 2 минуты.

После расслоения удаляют водный слой. В воронку вводят 5-10 см3 раствора соды и промывают экстракт. Если слой соды обесцветился, его удаляют, отделив слой раствора соды, переносят экстракт в сухую посуду (склянку или колбу) с пробкой. Для длительного хранения экстракт в этой посуде оставляют на 2-3 ч для осаждения следов мути, после чего сливают в другую сухую склянку или колбу и плотно закрывают пробкой.

11.1.4 Толуольный экстракт бензола №2 с концентрацией 5 мкг/см3 бензола готовят соответствующим разбавлением экстракта №1 толуолом в 10 раз.

Экстракты №1 и №2 при хорошей укупорке хранятся в течение года.

11.1.5 Ацетон, бесцветный, содержащий не более 1 % воды и не содержащий кислых примесей. Для устранения избытка воды и кислых примесей 0,5 дм3 ацетона интенсивно встряхивают 4-5 минут в делительной воронке с 50 см3 50 %-ного раствора едкого натра. После расслоения сливают ацетон и фильтруют его от мути через ватный тампон.

**11.2 Приготовление градуировочных растворов**

11.2.1 Серию градуировочных растворов готовят согласно таблице 2. Градуировочный раствор № 0 – холостая проба. Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

11.2.2 В колориметрические пробирки отбирают, согласно таблице 2, аликвоты толуольного экстракта бензола по 11.1.3 или 11.1.4, приливают толуол, вносят по 8 см3 ацетона и по 0,5 см3 (не более) 0,1 н раствора едкого натра (удобно использовать титровальную установку), перемешивают и оставляют при комнатной температуре на 20 минут, по истечении которых подкисляют все растворы 2 каплями 10 %-ной уксусной кислоты. Полученные фиолетовые растворы фотометрируют при длине волны λ=570 нм. Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20-50 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемое вещество.

**Таблица 2 - Шкала градуировочных растворов**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **Номер градуировочного раствора в серии** | **Экстракт бензола №1, см3** | **Экстракт бензола №2, см3** | **Толуол, см3** | **Содержание бензола в градуировочном растворе *х*, мкг** |
| 0 | - | - | 1,0 | 0 |
| 1 | - | 0,1 | 0,9 | 0,5 |
| 2 | - | 0,2 | 0,8 | 1,0 |
| 3 | - | 0,4 | 0,6 | 2 |
| 4 | - | 0,6 | 0,4 | 3 |
| 5 | - | 1,0 | 0 | 5 |
| 6 | 0,2 |  | 0,8 | 10 |
| 7 | 0,3 | - | 0,7 | 15 |
| 8 | 0,4 | - | 0,6 | 20 |
| 9 | 0,6 | - | 0,4 | 30 |

**11.3 Подготовка средств измерений и вспомогательного оборудования**

Подготовку СИ, вспомогательного оборудования проводят в соответствии требованиями эксплуатационной документации на соответствующий прибор.

**11.4 Установление градуировочной характеристики**

11.4.1 Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от содержания бензола, устанавливают по градуировочным растворам, приготовленным по 11.2.1, для каждого градуировочного раствора выполняют по пять серий измерений.

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают значение оптической плотности *Di*, как среднеарифметическое значение оптической плотности *i*-го градуировочного раствора за вычетом среднеарифметического значения оптической плотности для холостой пробы, ед. опт.пл. Градуировочную характеристику оформляют графически или в электронном формате при помощи Excel, для расчета коэффициента градуировочной характеристики применяют формулу (1).



(1)

где *mi* - масса бензола в *i*-м градуировочном растворе, мкг;

*Di* – среднеарифметическое значение оптической плотности *i*-го градуировочного раствора за вычетом среднеарифметического значения оптической плотности для холостой пробы, ед. опт.пл.;

*n* – число градуировочных растворов (серий).

11.4.2 Контроль градуировочной характеристики:

а) Приемлемость градуировочной характеристики контролируют путем сравнения коэффициента градуировочной характеристики *К*, рассчитанного по формуле (1), с коэффициентом градуировочной характеристики для *i*-го градуировочного раствора *Кi*, рассчитанного формуле (2):

 (2)

Результат контроля признают удовлетворительными при выполнении условия (3):

 (3)

б) Стабильность градуировочной характеристики контролируют не менее одного раза в квартал, а также при замене оптических кювет и реактивов, путем измерений оптической плотности двух или трех градуировочных растворов. Результат контроля признают удовлетворительными при выполнении условия (4):

 (4)

где *хi* – масса бензола в градуировочном растворе, полученная при контрольном измерении, мкг.

**12 Выполнение измерений**

12.1 В колбу отбирают 500 см3 анализируемой вытяжки пробы и 10 см3 нитрационной смеси и взбалтывают в течение 1 минуты. Добавляют к смеси 1 см3 7,5 %-го раствора бихромата калия, перемешивают и выдерживают на кипящей водяной бане 30 минут. После охлаждения раствор из колбы переносят в делительную воронку. В воронку вносят 2 см3 толуола и энергично встряхивают 2 минуты. После расслоения удаляют водный слой, а экстракт промывают 3-5 см3 раствора соды. Если раствор соды обесцветился, то в воронку вносят еще 3-5 см3 раствора соды. Дав отстояться, удаляют слой соды, а экстракт сливают в отдельную склянку. Небольшая муть экстракта не влияет на результаты анализа.

12.2 В сухую колориметрическую пробирку вносят 1 см3 экстракта пробы по 12.1 и далее анализ проводят также, как при построении градуировочного графика (за исключением стадий добавления бензола и толуола).

Оптическую плотность полученного анализируемого раствора измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20-50 мм аналогично градуировочным растворам, на спектрофотометре или фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 570 нм. Раствором сравнения служит контрольный раствор, который готовят на дистиллированной воде, одновременно и аналогично пробе. Количественное содержание бензола в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

12.3 Экстракты после выполнения измерений, а также другие сливы толуола собирают в отдельную склянку, а затем регенерируют.

**13 Обработка и представление результата измерений**

## 13.1 Массовую долю бензола в водной вытяжке в пробе, Х, мкг/см3, рассчитывают по формуле (5):

|  |  |
| --- | --- |
|  | (5) |

где *a* – масса бензола в растворе рабочей пробы, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

в – объем поглотительного раствора (нитрационной смеси), взятый для экстракции бензола из анализируемой пробы, см3; (10 см3)

*с –* объем толуола, взятый для экстрагирования, см3; (2 см3)

*V* – объем пробы, взятый для анализа, см3; (100 – 500 см3)

*V1* - объем экстракта пробы, взятый для анализа, см3; (1 см3)

*б* – объем нитрационной смеси, обработанный бихроматом калия (экстрагированный толуолом), см3.

13.2 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, принятым в лаборатории.

**14 Контроль точности измерений**

14.1 Перед применением настоящего стандарта необходимо провести его верификацию, согласно установленной в лаборатории процедуре.

14.2 Контроль точности результатов измерений осуществляют по установленным настоящем стандарте показателям точности (таблица 1) по процедуре, принятой в лаборатории или согласно РМГ 76, рекомендуется проводить следующие контрольные процедуры:

а) контроль повторяемости:

* измеряют рабочую пробу в условиях повторяемости (параллельные измерения);
* разность между результатами параллельных измерений *Х1* и *Х2* не должна превышать предела повторяемости *r*, рассчитанного по формуле (6),
* результат контроля признают удовлетворительным при выполнении условия (7):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (6) |
|  |  |  |
|  |  | (7) |

где *σr* – показатель повторяемости по таблице 1, %.

б) контроль воспроизводимости:

* измеряют рабочую пробу в условиях воспроизводимости;
* разность между результатами измерений *Х1* и *Х2* не должна превышать предела воспроизводимости *R*, рассчитанного по формуле (8);
* результат контроля признают удовлетворительным при выполнении условия (9):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (8) |
|  |  |  |
|  |  | (9) |

где *σR* – показатель воспроизводимости по таблице 1, %.

в) контроль точности с применением стандартных образцов (СО) или аттестованных растворов (АР):

* измеряют СО или АР;
* разность между результатом измерений и аттестованным значением не должна превышать показателя точности, условие (10):

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  | (10) |

где *ССО* – значение аттестованной характеристики СО (АР), мкг/см3.

**Библиография**

[1] Кодекс Республики Казахстан «О здоровье народа и системе здравоохранения» от 7 июля 2020 года N360-IV ЗРК.

[2] Технический регламент Таможенного Союза ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки», утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 15 августа 2011 г. №769.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**МКС 55.040**

**Ключевые слова:** упаковка, бензол, фотометрический метод

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**РАЗРАБОТЧИК:** Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан