*Изображение государственного Герба Республики Казахстан*

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**УПАКОВКА ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ.**

**Определение фенола экстракционно-фотометрическим методом**

**в водной и модельной среде**

**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 | Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы | 3 |
| 6 | Требования безопасности и охраны окружающей среды | 4 |
| 7 | Требования к квалификации операторов | 5 |
| 8 | Условия проведения измерений | 5 |
| 9 | Отбор и хранение проб | 5 |
| 10 | Подготовка к выполнению измерений | 5 |
| 11 | Выполнение измерений | 8 |
| 12 | Обработка и представление результата измерений | 9 |
| 13 | Требования к показателям качества | 9 |
| 14 | Контроль точности измерений | 10 |
| 15 | Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости | 11 |
| Приложение А | | 13 |
| Приложение Б | | 14 |
| Приложение В | | 19 |
| Библиография | | 23 |

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**УПАКОВКА ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ**

**Определение фенола экстракционно-фотометрическим методом**

**в водной и модельной среде**

**\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_**

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

# 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на упаковку для контакта с пищевыми продуктами и устанавливает требования к проведению измерения массовой концентрации летучих фенолов (в сумме) в водной и модельной среде в целях оценки соответствия требованиям гигиенической безопасности, установленным в ТР ТС 005/2011.

Диапазон измерений массовой концентрации летучих фенолов (в сумме) в водной и модельной среде от 2,0 до 25,0 мкг/дм3 в пересчете на фенол экстракционно-фотометрическим методом без отгонки.

Допустимо выполнение измерений в пробах водной и модельной среде с массовой концентрацией летучих фенолов, превышающей 25,0 мг/дм3, после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

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

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

ГОСТ 84-76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия.

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

ГОСТ 3118-77 (СТ СЭВ 4276-83) Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 3773-72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия.

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

ГОСТ 4206-75 Реактивы. Калий железосинеродистый. Технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

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

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия.

ГОСТ 5789-78 Реактивы. Толуол. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные. Электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 17527 Упаковка. Термины и определения.

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

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия.

ГОСТ 22300-76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 27068-86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия.

ГОСТ 29224-91 Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения.

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.

ТУ 6-09-1181-76 Бумага индикаторная универсальная для определения РН 1-10 и 7-14.

ТУ 6-09-1678-86 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты).

ТУ 6-09-3948-75 4-Аминоантипирин ч.д.а.

ТУ 6-09-40-3245-90 Фенол синтетический для медицинских целей ч.д.а.

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 определения основан на экстракции фенолов из воды бутилацетатом, реэкстракции их щелочью и образовании в реэкстракте окрашенных соединений при взаимодействии фенолов с 4-аминоантипирином в присутствии гексацианоферрата (III) калия. Массовую концентрацию летучих фенолов (в сумме) в водной и модельной среде находят расчетным способом по предварительно установленной градуировочной характеристике.

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, КФК-2, СФ-46, СФ-56 и др.).

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ 24104-2001 с пределом взвешивания 200 г.

рН-метр или иономер любого типа с измерительным стеклянным и вспомогательным хлорсеребряным электродами.

Термометры лабораторные по ГОСТ 29224-91 с взаимозаменяемым конусом 14/23 с диапазоном измерения температур до 150 °С и с взаимозаменяемым конусом 19/26 и с диапазоном измерения температур до 200 °С и ценой деления не более 1 °С.

Государственный стандартный образец состава раствора фенола в этаноле ГСО 7270-96 (далее - ГСО).

Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью 50 см3, 100 см3 и 1000 см3.

Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2 или пробирки исполнения 2 по ГОСТ 1770-74 с притертыми стеклянными пробками вместимостью 25 см3.

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

Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью 5 см3.

Цилиндры мерные исполнения 1,3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 см3, 50 см3, 100 см3, 250 см3, 500 см3 и 1000 см3.

Пробирка коническая (исполнения 1) по ГОСТ 1770-74 вместимостью 10 см3.

Воронки делительные ВД исполнения 1,3 по ГОСТ 25336-82 вместимостью 100 см3, 250 см3 и 1 дм3.

Стаканы В-1. ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 см3, 100 см3, 600 см3 и 1000 см3.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82 вместимостью 25-36 мм и 56 мм.

Колбы конические Кн-2 или плоскодонные П-2, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 2 дм3.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-19/9,24/10, СН 45/13 по ГОСТ 25336-82.

Колба круглодонная для перегонки КП исполнения 1, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 см3.

Установка из термически стойкого стекла (ТС) для перегонки растворителей (колба круглодонная К-1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1 дм3, елочный дефлегматор длиной не менее 250 мм с взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32 , насадка H1-19/26-14/23-14/23, холодильник с прямой трубкой XПТ-1 с взаимозаменяемыми конусами 14/23, аллонж АИ-14/23) по ГОСТ 25336-82.

Пробирки П1, диаметром 12 мм, высотой 60 мм и пробки резиновые 12,5 мм 3 - 4 шт.

Палочки стеклянные длиной 15 - 18 см и 25 - 30 см.

Шпатели.

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

Флаконы аптечные для хранения экстрактов вместимостью 50 см3 с завинчивающейся пробкой и плотным полиэтиленовым вкладышем.

Склянки для хранения растворов вместимостью 50 см3, 100 см3 и 500 см3 из светлого и темного стекла.

Посуда полиэтиленовая для хранения растворов с завинчивающейся пробкой вместимостью 0,5 дм3, 1,0 дм3.

Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

Электроплитки с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83 и (или) колбонагреватели.

Холодильник бытовой.

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

Фенол кристаллический по ТУ 6-09-40-3245-90, ч.д.а. (при отсутствии ГСО).

Эфир бутиловый уксусной кислоты (бутилацетат) по ГОСТ 22300-76, х.ч., ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015-88, очищенный.

Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а. (допустимо ч.).

Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233-77, ч.д.а. или ч.

Натрий углекислый (карбонат натрия) по ГОСТ 83-79, или натрий углекислый 10-водный (карбонат натрия, декагидрат) по ГОСТ 84-76, ч.д.а.

Натрий сернокислый, безводный (натрия сульфат) по ГОСТ 4166-76, ч.д.а.

Аммоний хлористый (хлорид аммония) по ГОСТ 3773-72, ч.д.а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.

Калий железосинеродистый (гексацианоферрат калия) по ГОСТ 4206-75, ч.д.а.

4-Аминоантипирин по ТУ 6-09-3948-75, ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, ч.д.а.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

Толуол по ГОСТ 5789-78, ч.д.а.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) 5-водный, по ГОСТ 27068-86, ч.д.а.

Универсальная индикаторная бумага рН 1-12 по ТУ 6-09-1181-76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Фильтры обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678-86.

Вата медицинская гигроскипическая по ГОСТ 5556-81 или вата стеклянная.

Пленка тефлоновая или полиэтиленовая.

Стеклоткань или асбестовое полотно.

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.

**6 Требования безопасности и охраны окружающей среды**

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации фенолов в пробах воды соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных ПДК в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Сливы растворителей (бутилацетата, хлороформа) запрещается выливать в канализацию. Их собирают в специальную тару и регенерируют или утилизируют в соответствии с действующими правилами на предприятии. Непригодный к использованию градуировочный раствор фенола сливают в канализацию, разбавляя большим объемом воды.

6.5 Работу с кристаллическим фенолом следует проводить в вытяжном шкафу с использованием средств индивидуальной защиты - очков, резиновых перчаток и фартука. При попадании фенола на кожу, его следует немедленно снять ватным тампоном, обильно смоченным этиловым спиртом, затем тщательно промыть водой с мылом.

6.6 Оператор, использующий фенол кристаллический для приготовления градуировочного раствора, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности.

**7 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 и освоившие методику.

**8 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.

**9. 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.

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. Если полный анализ не может быть выполнен в указанное время, следует провести экстракцию пробы бутилацетатом согласно разделу 10, экстракт перенести в аптечный флакон вместимостью 50 см3 с завинчивающейся пробкой и плотным полиэтиленовым вкладышем. Экстракт может храниться в темном прохладном месте в течение месяца.

**10. Подготовка к выполнению измерений**

**10.1 Приготовление растворов и реактивов**

10.1.1 Аммонийно-аммиачный буферный раствор с рН 10,0 - 10,2. Растворяют 50 г хлорида аммония в 50 см дистиллированной воды, добавляют 350 см3 концентрированного раствора аммиака и проверяют рН раствора с помощью рН-метра. Если значение рН раствора отличается от величины 10,1 ± 0,1, необходимо добавить раствор аммиака (при рН < 10), либо хлорид аммония или соляную кислоту (при рН > 10,2). На следующий день необходимо опять провести контроль рН и, при необходимости, довести его до нужной величины. Контроль следует осуществлять каждые 7 дней. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

10.1.2 Раствор 4-аминоантипирина, 2 %-ный

Растворяют 0,5 г 4-аминоантипирина в 25 см3 дистиллированной воды, фильтруют и переносят в посуду из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике в течение 7 дней, при комнатной температуре в темном месте не более 3 дней. Изменение окраски раствора является признаком его непригодности.

Для приготовления раствора пригоден реактив, имеющий бледно-желтую или кремовую окраску (почти бесцветный). Если реактив имеет темно-желтую или бурую окраску следует провести его очистку. Для этого в стакан вместимостью 50 см3 поместить реактив (не более 1/4 по высоте), прилить 25 - 30 см3 толуола и хорошо перемешать. Дать отстояться, слить толуол и, при необходимости, повторять промывание до тех пор, пока реактив не приобретет бледно-желтую (кремовую) окраску. После окончательного удаления толуола сушат реактив в вытяжном шкафу, периодически перемешивая, до полного удаления толуола. Хранить в плотно закрытой темной склянке.

10.1.3 Раствор гексацианоферрата калия, 8 %-ный

Растворяют 2 г гексацианоферрата калия (K3[Fe(CN)6]) в 25 см3 дистиллированной воды, фильтруют, переносят в склянку из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике в течение 5 - 7 дней, при комнатной температуре в темном месте не более 3 дней.

10.1.4 Раствор соляной кислоты 1:1

К 250 см3 дистиллированной воды прибавляют 250 см3 концентрированной соляной кислоты. Раствор устойчив.

10.1.5 Раствор серной кислоты 1:1

К 100 см3 дистиллированной воды, помещенной в термостойкий химический стакан вместимостью 600 см3, при непрерывном перемешивании приливают 100 см3 концентрированной серной кислоты. После охлаждения раствор переносят в толстостенную склянку. Раствор устойчив.

10.1.6 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм3

Растворяют 40 г гидроксида натрия в 1 дм3 дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

10.1.7 Раствор гидроксида натрия, 5 моль/дм3

Растворяют 100 г гидроксида натрия в 0,5 дм3 дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

10.1.8 Раствор карбоната натрия, 0,1 моль/дм3

Растворяют 10,6 г безводного препарата или 28,6 г декагидрата в 1 дм3 дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

10.1.9 Проверка и очистка бутилацетата

Чистоту бутилацетата оценивают по величине холостого опыта. Если при использования очищенного 4-аминоантипирина и чистой дистиллированной воды оптическая плотность холостого опыта превышает 0,10 при 470 нм или 0,05 при 490 нм, его следует очистить в соответствии с приложением А.

**10.2 Приготовление градуировочных растворов**

10.2.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с массовой концентрацией фенола (1,00 ± 0,01) мг/см3.

Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую коническую пробирку. Для приготовления градуировочного раствора № 1 отбирают 5,0 см3 образца с помощью чистой сухой пипетки с одной отметкой вместимостью 5 см3 и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см3. Доводят объем в колбе до метки этиловым спиртом и перемешивают. Массовая концентрация фенола в градуировочном растворе № 1 составляет 0,100 мг/см3. Хранят раствор в холодильнике не более месяца.

Для приготовления градуировочного раствора № 2 пипеткой с одной отметкой отбирают 5,0 см градуировочного раствора № 1, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см3 и доводят до метки дистиллированной водой. Массовая концентрация фенола в градуировочном растворе № 2 составляет (5,00 ± 0,07) мкг/см3. Хранят раствор в холодильнике не более 3 сут.

10.2.2 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор, приготовленный из фенола кристаллического. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении Б.

**10.3 Установление градуировочной зависимости**

Для приготовления образцов для градуировки в делительные воронки вместимостью 1 дм3 помещают с помощью мерного цилиндра 800 см3 свежепрокипяченной и быстро охлажденной дистиллированной воды. Градуированными пипетками вместимостью 1 и 5 см3 в воду вносят 0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,4; 3,2; 4,0 см3 градуировочного раствора № 2 с массовой концентрацией фенола 5,0 мкг/см3. Массовая концентрация фенола в полученных образцах составит соответственно 0; 2,5; 5,0; 7,5: 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 мкг/дм3. Приготовленные образцы анализируют, как описано в разделе 10. Градуировочную зависимость оптической плотности от массовой концентрации фенола рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочную зависимость устанавливают при приготовлении нового буферного раствора или замене измерительного прибора.

**10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

10.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при использовании новых партий 4-аминоантипирина, гексацианоферрата калия и бутилацетатата, но не реже 1 раза в квартал. Средствами контроля являются образцы используемые для установления градуировочной зависимости по 10.3 (не менее 3 образцов). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

*|X-C| ≤ σR*, (1)

где *X* - результат контрольного измерения массовой концентрации фенола в образце, мкг/дм3;

*С* - приписанное значение массовой концентрации фенола в образце, мкг/дм3;

*σR*- показатель воспроизводимости для концентрации *С*, мкг/дм3 (таблица 1).

Если условие стабильности не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

10.4.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями массовой концентрации фенола в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

**11 Выполнение измерений**

11.1 Мерным цилиндром вместимостью 1000 дм3 отбирают 800 см3 анализируемой пробы и помещают ее в делительную воронку вместимостью 1 дм3. Добавляют 40 г хлорида натрия, 1,5 см3 раствора серной кислоты 1:1, 50 см3 бутилацетата и экстрагируют фенолы в течение 3 мин. Дают пробе расслоиться в течение нескольких минут, сливают воду как можно полнее, затем круговыми движениями перемешивают экстракт и вновь удаляют отслоившуюся воду. Экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 250 см3, добавляют 50 см3 гидроксида натрия, 1 моль/дм3, и реэкстрагируют фенолы в течение 1,5 мин. После расслоения нижний водный слой переносят в делительную воронку вместимостью 100 см3, приливают 6 - 7 см3 раствора соляной кислоты 1:1, затем эту же кислоту по каплям до рН 7 - 9 по универсальной индикаторной бумаге. Приливают 2 см3 буферного раствора, затем по 1 см3 растворов 4-амююантипирина и гексацианоферрата калия, перемешивая пробу после добавления каждого раствора. Через 5 мин добавляют 23 см3 бутилацетата и экстрагируют окрашенное соединение в течение 1 мин. После расслоения фаз нижний водный слой отбрасывают, а экстракт перемешивают круговыми движениями и еще дают отстояться 2 - 3 мин. Вновь удаляют водную фазу, а экстракт фильтруют через комочек хлопковой или стеклянной ваты в мерную колбу или пробирку вместимостью 25 см3. Объем экстракта доводят до метки бутилацетатом, одновременно промывая вату, через которую фильтровали экстракт. Аналогично выполняют холостой опыт, используя 800 см3 свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды.

11.2 В тех случаях, когда при экстракции окрашенного соединения образуется очень стойкая эмульсия, не расслаивающаяся в течение 20 - 30 мин., экстракт из делительной воронки переносят в стакан вмести вместимостью 50 см3 и добавляют при непрерывном перемешивании палочкой сульфат натрия до тех пор, пока не образуется прозрачный экстракт, который осторожно сливают в мерную колбу или пробирку. Сульфат натрия в стакане промывают 1 - 2 раза небольшим количеством бутилацетата, который переносят в ту же колбу или пробирку.

11.3 Оптическую плотность экстракта измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя 5 см относительно бутилацетата на спектрофотометре или фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 470 нм; на фотометре, снабженном светофильтрами, используют светофильтр с максимумом пропускания в диапазоне от 470 до 490 нм. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

11.4 Если массовая концентрация фенола в анализируемой воде превышает 25 мкг/дм3, отбирают аликвоту исходной пробы, содержащую не менее 10 мкг фенолов, разбавляют ее свежепрокипяченной дистиллированной водой до 800 см3 и повторяют измерение.

11.5 При выполнении измерений массовой концентрации фенолов в сильно загрязненных и сильно эмульгирующихся пробах, пробу следует предварительно промыть хлороформом. Для этого к пробе в делительной воронке добавляют 16 см раствора гидроксида натрия, 5 моль/дм3, хлорид натрия, затем 50 см3 хлороформа и экстрагируют 2 мин. После расслоения фаз нижний хлороформный слой сливают, добавляют к пробе 6 см3 раствора серной кислоты 1:1, бутилацетат и далее проводят выполнение измерений, как описано в 11.1 - 11.4.

11.6 При таком промывании минерализованных проб на границе раздела фаз может образоваться объемный осадок гидроксидов, затрудняющий отделение хлороформа. В этом случае отделяют хлороформ до границы осадка, затем приливают 4 см3 раствора серной кислоты и осторожно перемешивают пробу, не переворачивая и не встряхивая воронку. Отслоившийся хлороформ быстро удаляют, после этого приливают остальное количество раствора серной кислоты.

11.7 Мешающее влияние на выполнение измерений массовой концентрации фенолов могут оказать интенсивно окрашенные соединения кислого характера, в частности нафтеновые кислоты при концентрации более 1 мг/дм3 (в природных водах такие концентрации их, как правило, не наблюдаются), а также гуминовые кислоты при содержании более 2 мг/дм3. Мешающее влияние нафтеновых и гуминовых кислот устраняют промыванием бутилацетатного экстракта перед реэкстракцией щелочью 50 см3 раствора карбоната натрия, 0,1 моль/дм3, в течение 1 мин.

Если в пробе присутствует активный хлор, сразу после отбора пробы его следует восстановить, добавляя тиосульфат натрия.

11.8 Бутилацетатные экстракты после выполнения измерений, а также другие сливы бутилацегата собирают в отдельную склянку, а затем регенерируют. Описание процедуры регенерации приведено в приложении А.

**12 Обработка и представление результата измерений**

12.1 Массовую концентрацию летучих фенолов в анализируемой пробе воды *X*, мкг/дм3, находят по градуировочной зависимости. Если выполнение измерений проводилось после разбавления пробы, результат, найденный по градуировочной зависимости, умножают на коэффициент *η = 800/V*, где *V* - аликвота пробы воды, взятая для анализа, см3.

12.2 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

*Х ± Δ*, мкг/дм3 (*Р=0,95*), (2)

где *± Δ* - границы характеристики погрешности результата измерения для данной массовой концентрации фенолов, мкг/дм3 (таблица 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

*Х ± Δл* (*Р=0,95*) при условии *Δл < Δ*, (3)

где ± *Δл* - границы характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мкг/дм3.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения *Δл = 0,84 · Δ* с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.4 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в лаборатории.

**13 Требования к показателям качества**

Настоящий стандарт обеспечивает получение результатов измерений массовой концентрации летучих фенолов (в сумме) в водной и модельной среде при соблюдении всех регламентируемых 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 фенолов, мкг/дм3** | **Показатель повторяемости σr, мкг/дм3** | **Показатель воспроизводимости**  **σR, мкг/дм3** | **Показатель правильности**  **± ΔC, мкг/дм3** | **Показатель точности (границы погрешности при вероятности Р=0,95) ± Δ, мкг/дм3** |
| От 2,0 до 18,0 включ. | 0,2+0,04 · Х | 0,3+0,065 · Х | 0,1+0,048 · Х | 0,6+0,14 · Х |
| Св. 18,0 до 25,0 включ. | 0,8 | 1,2 | 0,1+0,048 · Х | 2,6 |
| \* Показатель точности МВИ в виде относительной погрешность результата измерений *δ* с доверительной вероятностью 0,95 соответствует расширенной неопределенности *U* при коэффициенте охвата *k* = 2 для уровня доверия 0,95 | | | | |

**14 Контроль точности измерений**

**14.1 Общие положения**

14.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

14.1.2 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в лаборатории.

**14.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля**

14.2.1 В качестве образцов для контроля используют аттестованные растворы фенола, методика приготовления которых приведена в приложении В. Для выполнения оперативного контроля следует выбирать образцы, в которых массовая концентрация фенола наиболее близка к концентрации летучих фенолов в анализируемых пробах.

14.2.2 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры *Кк* с нормативом контроля *К*.

14.2.3 Результат контрольной процедуры *Кк*, мкг/дм3, рассчитывают по формуле:

*Кк = Х – С*, (4)

где *X* - результат контрольного измерения аттестованной характеристики образца для контроля, мкг/дм3;

*С* - значение аттестованной характеристики образца для контроля, мкг/дм3.

14.2.4 Норматив контроля *К*, мкг/дм3, рассчитывают по формуле:

*К = Δл*, (5)

где *Δл* - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая значению аттестованной характеристики образца для контроля, мкг/дм3.

Примечание - Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формуле *Δл = 0,84 · Δ*

14.2.5 Результат контрольной процедуры сравнивают с нормативом контроля.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

*|КК| ≤ К*, (6)

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (6) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

**15 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости**

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости *R*. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле:

*R = 2,77 · σR*, (7)

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ ИСО 5725-6-2003.

Примечание - Поверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

**Приложение А**

(рекомендуемое)

**Очистка и регенерация бутилацетата**

Для выполнения процедуры регенерации или очистки отбирают порцию использованного или исходного загрязненного бутилацетата объемом около 500 - 600 см3, помещают его в делительную воронку вместимостью 1 дм3, добавляют 100 - 150 см3 раствора гидроксида натрия с концентрацией 1 моль/дм3 и промывают бутилацетат встряхиванием делительной воронки в течение 2 - 3 мин. Если раствор гидроксида натрия окрашивается, повторяют операцию до тех пор, пока он не останется бесцветным. Затем бутилацетат промывают дистиллированной водой. Для этого к бутилацетату добавляют около 300 см3 дистиллированной воды и встряхивают воронку 2 мин. После расслоения фаз воду из воронки удаляют, вновь добавляют такой же объем воды и повторяют промывание. Вода после второго промывания должна иметь рН 6 - 7 по универсальной индикаторной бумаге. При необходимости продолжают промывку до достижения этого значения рН.

Очищенный бутилацетат фильтруют в круглодонную колбу для перегонки через комок хлопковой или стеклянной ваты, на которую насыпают небольшое количество безводного сульфата натрия. Соединяют компоненты установки для перегонки, нагревают колбу на электроплитке или в колбонагревателе и перегоняют бутилацетат в стеклянную посуду, отбирая фракцию, кипящую при температуре 108 °С. Первые 50 - 100 см отгона возвращают в слив, а остаток после отгонки (около 100 см3) помещают в специальную посуду для последующей утилизации.

**Приложение Б**

(рекомендуемое)

**Методика приготовления аттестованных растворов фенола АР1-Ф, АР2-Ф, АР3-Ф для установления градуировочной зависимости**

**и контроля точности результатов измерений массовой**

**концентрации фенолов экстракционно-фотометрическим методом**

**1.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов фенола, предназначенных для установления градуировочной зависимости и контроля точности результатов измерений массовой концентрации летучих фенолов в природных и очищенных сточных водах экстракционно-фотометрическим методом.

**1.2 Метрологические характеристики**

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице Б.1.

**Таблица Б.1 - Метрологические характеристики аттестованного раствора фенола**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Наименование характеристики** | **Значение характеристики для аттестованного раствора** | | |
| **АР1-Ф** | **АР2-Ф** | **АР3-Ф** |
| Аттестованное значение массовой концентрации фенола | 1,000 мг/см3 | 0,1000 мг/см3 | 5,00 мкг/см3 |
| Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации фенола (Р=0,95) | 0,010 мг/см3 | 0,0012 мг/см3 | 0,07 мкг/см3 |

**1.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы**

1.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

1.3.2 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224-91 с взаимозаменяемым конусом 19/26 с диапазоном измерения температур до 200 °С и ценой деления не более 1 °С.

Б.3.3 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью:

50 см3- 1шт.

100 см3 - 1 шт.

1.3.4 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью

5 см3 - 2 шт.

1.3.5 Пипетка градуированная 2 класса точности исполнения 3 по ГОСТ 29227-91 вместимостью

- 10 см3.

1.3.6 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-19/9 по ГОСТ 25336-82.

1.3.7 Воронка лабораторная типа В диаметр 56 мм по ГОСТ 25336-82.

1.3.8 Шпатель.

1.3.9 Колба круглодонная для перегонки КП исполнения 1, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью

- 50 см3.

1.3.10 Пробирки типа П1 диаметром 12 мм, высотой 60 мм с резиновыми пробками 12,5 мм или стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-24/10 по ГОСТ 25336-82

- 3 - 4 шт.

1.3.11 Палочка стеклянная длиной 15 - 17 см.

1.3.12 Склянки для хранения аттестованных растворов вместимостью 50 см3, 100 см3 с завинчивающейся пробкой и плотным полиэтиленовым вкладышем или склянки с притертыми стеклянными пробками той же вместимости.

1.3.13 Пленка тефлоновая или полиэтиленовая.

1.3.14 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83 или колбонагреватель.

1.3.15 Стеклоткань или асбестовое полотно.

**1.4 Исходные компоненты аттестованных растворов**

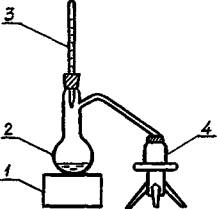
1.4.1 Фенол кристаллический по ТУ 6-09-40-3245-90, ч.д.а., с содержанием основного вещества (С6Н6ОН) не менее 99,0 %

1.4.2 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87.

1.4.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

**1.5 Процедура приготовления аттестованных растворов фенола**

1.5.1 Очистка кристаллического фенола перегонкой. Для приготовления аттестованных растворов допускается использовать препарат фенола бесцветный или со слабым розоватым оттенком, при более интенсивной окраске фенол следует перегонять. Установка для перегонки фенола изображена на рисунке 1.



1 - электроплитка (колбонагреватель); 2 - колба для перегонки;

3 - термометр или пробка; 4 - бюкс (или пробирка)

Рисунок 1 - Схема установки для очистки фенола перегонкой

Если перегонка проводится с использованием электроплитки, для уменьшения теплообмена колбу следует обернуть стеклотканью или асбестовым полотном. В колбу помещают определенное количество фенола (не более 10 г). Для удобства переноса фенола в колбу склянку с фенолом следует подогреть в теплой воде (около 45 °С). При этом фенол начинает плавиться и нужное количество жидкого препарата переливают в колбу. Колбу нагревают. Первые две - три капли отгона отбрасывают, а следующие порции фенола собирают в бюксы или пробирки. Для длительного хранения фенол предпочтительнее отбирать в пробирки. Пробирки плотно закрывают резиновыми пробками, обернутыми двойным слоем тонкой тефлоновой или полиэтиленовой пленки, помещают в двойной полиэтиленовый пакет и хранят в холодильнике до появления розовой окраски фенола. Срок хранения может достигать 3 лет.

Контроль температуры при перегонке фенола не обязателен, однако для удобства можно вместо хорошо притертой пробки закрыть колбу термометром со взаимозаменяемым конусом с соответствующим диапазоном температур. Температура кипения фенола 182 °С.

1.5.2 Приготовление аттестованного раствора AP1 -Ф

Склянку, бюкс или пробирку с кристаллическим фенолом подогревают в теплой (около 45 °С) воде до расплавления. С помощью стеклянной палочки переносят по каплям расплавленный фенол в бюкс и взвешивают с точностью до четвертого знака после запятой 0,100 г фенола. В бюкс приливают пипеткой 5 - 6 см3 этилового спирта и перемешивают чистой палочкой до растворения фенола. Количественно (по палочке!) через воронку переносят раствор фенола в мерную колбу вместимостью 100 см3, несколько раз ополаскивают бюкс, палочку и воронку этиловым спиртом, доводят раствор до метки и перемешивают. Переносят раствор в склянку с плотно закрывающейся пробкой вместимостью 100 см3.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 1,000 мг/см3.

1.5.3 Приготовление аттестованного раствора АР2-Ф Пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см3 отбирают 5,0 см3 раствора APl-Ф, помещают его в мерную колбу вместимостью 50 см3, доводят до метки этиловым спиртом и перемешивают. Переносят раствор в склянку с плотно закрывающейся пробкой вместимостью 50 см3. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 0,100 мг/см.

1.5.4 Приготовление аттестованного раствора АР3-Ф

Пипеткой с одной отметкой вместимостью 5 см3 отбирают 5,0 см3 раствора APl-Ф, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в склянку с плотно закрывающейся пробкой вместимостью 100 см3.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 5,00 мкг/см3

**1.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов**

1.6.1 Аттестованное значение массовой концентрации фенола в растворе АР1-Ф *С1*, мг/см3, рассчитывают по формуле:

, (Б.1)

где *m* - масса навески фенола, г;

*V* - вместимость мерной колбы, см3.

1.6.2 Аттестованное значение массовой концентрации фенола в растворе АР2-Ф *С2*, мг/см3, рассчитывают по формуле:

. (Б.2)

где *C1*- массовая концентрация фенола в растворе АР1-Ф, мг/см3;

*V1* - объем раствора АР1-Ф, см3;

*V2*- вместимость мерной колбы, см3.

1.6.3 Аттестованное значение массовой концентрации фенола в растворе АР3-Ф *С3*, мкг/см3, рассчитывают по формуле:

, (Б.3)

где *С2*- массовая концентрация фенола в растворе АР2-Ф, мг/см3;

*V1*- объем раствора АР2-Ф, см3;

*V* - вместимость мерной колбы, см3.

1.6.4 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Ф *Δ1*, мг/см3, выполняют по формуле:

, (Б.4)

где *C1* - приписанное раствору АР1-Ф значение массовой концентрации фенола, мг/см3;

*Δμ* - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения *μ*, %;

*μ* - массовая доля основного вещества (фенола) в реактиве, приписанная реактиву квалификации ч.д.а., %;

*Δm* - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

*m*- масса навески фенола, г;

*ΔV* - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см3;

*V* - вместимость мерной колбы, см3.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР1-Ф равна



1.6.5 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Ф *Δ2*, мг/см3, выполняют по формуле:

, (Б.5)

где *С2* - приписанное раствору АР2-Ф значение массовой концентрации фенола, мг/см3;

*Δ1* - предел возможного значения погрешности приготовления раствора АР1-Ф, мг/см3;

*С1* - значение массовой концентрации фенола, приписанное раствору АР1-Ф, используемому для приготовления раствора АР2-Ф, мг/см3;

 - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, см3;

*V1*, - номинальный объем раствора, отбираемого пипеткой, см3;

 - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см3.

*V2*- вместимость мерной колбы, см3.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР2-Ф равна

.

1.6.6 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР3-Ф *Δ3*, мкг/см3, выполняют по формуле:

, (Б.6)

где *С3* - приписанное раствору АР3-Ф значение массовой концентрации фенола, мкг/см3;

*Δ2*- предел возможного значения погрешности приготовления раствора с массовой концентрацией фенола *С2*, мг/см3;

*С2* - значение массовой концентрации фенола, приписанное раствору АР2-Ф, используемому для приготовления раствора АР3-Ф, мг/см3;

 - предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, см3;

*V1* - номинальный объем раствора, отбираемого пипеткой, см3;

*ΔV* - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см3;

*V* - вместимость мерной колбы, см3.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР3-Ф равна

.

**1.7 Требования безопасности**

1.7.1 По степени воздействия на организм фенол и этиловый спирт относятся ко 2 и 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

1.7.2 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

1.7.3 Работу с кристаллическим фенолом следует проводить в вытяжном шкафу с использованием средств индивидуальной защиты - очков, резиновых перчаток и фартука. При попадании фенола на кожу, его следует немедленно снять ватным тампоном, обильно смоченным этиловым спиртом, затем тщательно промыть водой с мылом.

1.7.4 Оператор, использующий фенол кристаллический для приготовления градуировочного раствора, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности.

**1.8 Требования к квалификации операторов**

Аттестованные растворы может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 6 мес.

**1.9 Требования к маркировке**

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения раствора, массовой концентрации фенола, погрешности ее установления и даты приготовления.

**1.10 Условия хранения**

Аттестованный раствор АР1-Ф хранят в холодильнике не более 6 мес.

Аттестованный раствор АР2-Ф хранят в холодильнике не более 1 мес.

Аттестованный раствор АР3-Ф хранят в холодильнике не более 3 сут.

**Приложение В**

(обязательное)

**Методика**

**приготовления образцов для контроля точности результатов**

**измерений массовых концентраций летучих фенолов в пробах**

**экстракционно-фотометрическим методом**

**1.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления образцов для контроля (ОК), предназначенных для контроля точности результатов измерений массовой концентрации летучих фенолов в водной и модельной среде экстракционно-фотометрическим методом.

**1.2 Метрологические характеристики**

Метрологические характеристики ОК приведены в таблице В.1.

**Таблица В.1 - Метрологические характеристики ОК**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Наименование характеристики** | **Значение характеристики для ОК** | | | | |
| **№ 1** | **№ 2** | **№ 3** | **№ 4** | **№ 5** |
| Аттестованное значение массовой концентрации фенола, мкг/дм3 | 2,50 | 5,00 | 10,00 | 15,00 | 25,00 |
| Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации фенола (Р=0,95), мкг/дм3 | 0,06 | 0,09 | 0,17 | 0,33 | 0,43 |

**1.3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы**

Градуировочный (аттестованный) раствор с массовой концентрацией фенола (5,00 ± 0,07) мкг/см3 приготовленный из ГСО 7270-96 (см. 10.2) или АР3-Ф (см. приложение Б).

1.3.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

1.3.3 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью

1000 см3 - 2 шт.

1.3.4 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 3 по ГОСТ 29227-91 вместимостью:

1 см3 - 1 шт.

2 см3 - 1 шт.

5 см3 - 1 шт.

1.3.5 Колбы типа Кн или П исполнения 1, 2, ТХС по ГОСТ 25336-82 вместимостью

2000 см3 - 2 шт.

1.3.6 Электроплитка по ГОСТ 14919-83.

**1.4 Процедура приготовления ОК**

1.4.1 Приготовление ОК № 1

В мерную колбу вместимостью 1000 см3 при помощи градуированной пипетки вместимостью 1 см3 приливают 0,50 см3 раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см3. Объем раствора доводят до метки на колбе свежепрокипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 2,50 мкг/дм3.

1.4.2 Приготовление ОК № 2

В мерную колбу вместимостью 1000 см3 при помощи градуированной пипетки вместимостью 1 см3 приливают 1,00 см3 раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см3. Объем раствора доводят до метки на колбе свежепрокипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 5,00 мкг/дм3.

1.4.3 Приготовление ОК № 3

В мерную колбу вместимостью 1000 см3 при помощи градуированной пипетки вместимостью 2 см3 приливают 2,00 см3 раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см3. Объем раствора доводят до метки на колбе свежепрокипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 10,00 мкг/дм3.

1.4.4 Приготовление ОК № 4

В мерную колбу вместимостью 1000 см3 при помощи градуированной пипетки вместимостью 5 см3 приливают 3,00 см3 раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см3. Объем раствора доводят до метки на колбе свежепрокипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 15,00 мкг/дм3.

1.4.5 Приготовление ОК № 5

В мерную колбу вместимостью 1000 см3 при помощи градуированной пипетки вместимостью 5 см3 приливают 5,00 см3 раствора фенола с массовой концентрацией 5,00 мкг/см3. Объем раствора доводят до метки на колбе свежепрокипяченной и быстро охлажденной дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию фенола 25,00 мкг/дм3.

**1.5 Расчет метрологических характеристик ОК**

1.5.1 Расчет погрешности приготовления *i*-того ОК для контроля точности результатов измерений массовой концентрации фенола *Δi*, мкг/дм3, выполняют по формуле:

, (В.1)

где *Сi*- приписанное ОК значение массовой концентрации фенола, мкг/дм3;

*Δ* - предел возможного значения погрешности приготовления градуировочного (аттестованного) раствора, используемого для приготовления ОК, мкг/см3;

*С* - значение массовой концентрации фенола в градуировочном (аттестованном) растворе, используемом для приготовления ОК, мкг/см3;

*ΔV* - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см3;

*V*- вместимость мерной колбы, см3;

*Δvi*- предельное значение возможного отклонения объема раствора, отбираемого пипеткой, от номинального значения, см3;

*Vi* - номинальный объем градуировочного (аттестованного) раствора, отбираемого пипеткой, см3.

Погрешность приготовления ОК № 1 равна:

.

Массовая концентрация фенола в ОК № 1 отличается от приписанного значения не более чем на 0,061 мкг/дм3.

Погрешность приготовления ОК № 2 равна:

.

Массовая концентрация фенола в ОК № 2 отличается от приписанного значения не более чем на 0,086 мкг/дм3.

Погрешность приготовления ОК № 3 равна:

.

Массовая концентрация фенола в ОК № 3 отличается от приписанного значения не более чем на 0,17 мкг/дм3.

Погрешность приготовления ОК № 4 равна:

.

Массовая концентрация фенола в ОК № 4 отличается от приписанного значения не более чем на 0,33 мкг/дм3.

Погрешность приготовления ОК № 5 равна:

.

Массовая концентрация фенола в ОК № 5 отличается от приписанного значения не более чем на 0,43 мкг/дм3.

**1.6 Требования безопасности**

При приготовлении ОК следует соблюдать общие требования техники безопасности в химических лабораториях.

**1.7 Требования к квалификации операторов**

ОК может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием.

**1.8 Требования к квалификации операторов**

На колбу с ОК должна быть нанесена надпись с указанием номера, массовой концентрации фенола, погрешности ее установления и даты приготовления. Если ОК является шифрованным, на колбу наносят его условное обозначение, принятое в лаборатории.

**1.9 Условия хранения**

ОК № 1 и № 2 используют в течение 3 ч с момента приготовления, остальные ОК - в течение рабочего дня. От момента приготовления до использования ОК хранят в темном прохладном месте в мерной колбе.

**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 008/2011 «О безопасности игрушек», утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 23 сентября 2011 г. №798.

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

**МКС 13.040.40**

**Ключевые слова:** игрушки, локальная вибрация

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

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

**МКС 13.040.40**

**Ключевые слова:** игрушки, локальная вибрация

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

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