*Изображение государственного Герба Республики Казахстан*

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**УПАКОВКА. РЕЗИНА И РЕЗИНОПЛАСТИКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ**

**ДЛЯ КОНТАКТА С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ.**

**Определение цинка 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 | Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы | 2 |
| 6 | Требования безопасности и охраны окружающей среды | 3 |
| 7 | Требования к квалификации операторов | 3 |
| 8 | Условия проведения измерений | 3 |
| 9 | Отбор образцов и подготовка аналитической пробы | 3 |
| 10 | Подготовка к выполнению измерений | 4 |
| 11 | Выполнение измерений | 4 |
| 12 | Обработка и представление результата измерений | 4 |
| 13 | Требования к показателям качества | 5 |
| 14 | Контроль точности измерений | 5 |
| Библиография | | 6 |

**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, резину и резинопластиковые материалы для контакта с пищевыми продуктами и устанавливает требования к проведению измерения массовой концентрации цинка в водной и модельной среде в целях оценки соответствия требованиям гигиенической безопасности, установленным в ТР ТС 005/2011.

Диапазон измерений массовой концентрации цинка в водной и модельной среде от 0,30 мг/дм3 и более.

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

# 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 12.1.007-76 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 199-68 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1381-73 Уротропин технический. 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 3640-65 Цинк. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 11293-78 Желатин. Технические условия

ГОСТ 19522-74 Аммоний роданистый технический. Технические условия

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие 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.

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 [1].

**4 Сущность метода измерения**

Метод определения основан основанным на фотометрировании окрашенного комплекса родаминцинката, образующегося при взаимодействии ионов цинка с родамином С или В. Массовую концентрацию цинка в водной и модельной среде находят расчетным способом по предварительно установленной градуировочной характеристике.

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

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

Весы аналитические электронные – НПВ=120 г, d=0,1 мг.

Гигрометр психрометрический, диапазон измерений температуры от 15 ºС до 40 ºС, влажности (20 – 90) %, Δ: ±0,2 ˚С.

Спектрофотометр, диапазон измерения от 340 нм до 1000 нм.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 5, 10, 25, 50, 100 см3.

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 100 см3.

Электроплитки с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83.

5.2 При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Уротропин по ГОСТ 1381-73 - 5 % водный раствор.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199-68.

Родамин С (или В) - 0,02 % раствор.

Кислота уксусная по ГОСТ 61-75.

Цинк металлический по ГОСТ 3640-65.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522-74 - 20 % раствор.

Желатин по ГОСТ 11293-78 - 0,5 % раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Ацетатный буферный раствор.

Стандартный раствор цинка.

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 соблюдают:

* общие требования безопасности по ГОСТ 12.1.007;
* требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.2.007;
* требования по пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004;
* правила по технике безопасности, указанные в инструкции по эксплуатации спектрофотометра;
* инструкцию по технике безопасности, действующую в лаборатории.

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

**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.

**8 Условия проведения измерений**

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха (20 ± 5) ºС;

- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;

- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 ºС.

**9 Отбор образцов и подготовка аналитической пробы**

9.1 Для испытания отбирают количество изделий, необходимое для получения 100 см3 вытяжки, исходя из соотношения площади поверхности образца к объему модельной среды 1:1.

9.2 Перед испытанием промывают образцы проточной водой в течение 10 мин, ополаскивают дистиллированной водой и кипятят в круглодонной колбе (10 ± 1) мин в дистиллированной воде. Объем воды должен быть таким, чтобы образцы были полностью покрыты водой. После кипячения ополаскивают образцы дистиллированной водой и до испытания хранят в эксикаторе.

9.2 Приготовление вытяжки:

- определяют площадь поверхности образца подходящим способом в зависимости от вида изделия.

- помещают образцы в стеклянный сосуд для экстракции, добавляют (100 ± 1) см3 дистиллированной воды таким образом, чтобы они были полностью покрыты водой, и выдерживают в течение (24,0 ± 0,5) ч при температуре (40 ± 2) °C.

**10. Подготовка к выполнению измерений**

**10.1 Требования к приготовлению растворов реактивов**

10.1.1 При приготовлении и применении растворов соблюдают общие требования по ГОСТ 27025, ГОСТ 4517.

10.1.2 Приготовление ацетатного буферного раствора

15 г уксуснокислого натрия, растворяют в 3 см3 концентрированной уксусной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 см3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают.

10.1.3 Приготовление стандартного раствора цинка

Растворяют 0,1 г металлического цинка в 2 см3 концентрированной соляной кислоты. Раствор осторожно переносят в мерную колбу, вместимостью 1000 см3 и доводят до метки дистиллированной водой. Затем 25 см3 полученного раствора переносят в мерную колбу, вместимостью 100 см3, и доводят до метки дистиллированной водой.

В 1 см3 приготовленного раствора содержится 25 мкг цинка. Стандартный раствор цинка можно приготовить другим путем, используя хорошо растворимую соль цинка.

**10.2 Построение калибровочного графика**

10.2.1 В мерные колбы, вместимостью 25 см3, последовательно переносят 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 см3 и т.д. стандартного раствора цинка, добавляют последовательно 0,1 - 0,2 см3 5 % раствора уротропина (нейтрализуют до рН 4,5 - 5,0), 3 см3 ацетатного буферного раствора, 1 см3 0,5 % раствора желатина и 1,3 см3 20 % раствора роданистого аммония. Раствор хорошо перемешивают, добавляют 2,5 см3 0,02 % раствора родамина С и доводят дистиллированной водой до метки (тщательно перемешивают).

10.2.2 Через 25 минут раствор фотометрируют в кювете с толщиной слоя 50 см3 и светофильтром № 9 (λ = 630 нм) относительно холостой пробы (смесь реагентов).

10.2.3 Калибровочный график строят в пределах концентраций от 0,5 до 2 мкг/ см3 в координатах оптическая плотность - содержание цинка в растворе мкг/ см3 (или мг/дм3).

**11 Выполнение измерений**

10.1 В мерную колбу, вместимостью 25 см3 переносят 2 - 10 см3 вытяжки и последовательно прибавляют 0,1 - 0,2 см3 уротропина (до рН 4,5 - 5,0) 3 см3 ацетатного буферного раствора, 1 мл 0,5 % раствора желатина и 1,3 см3 20 % раствора роданистого аммония. Раствор осторожно хорошо перемешивают, добавляют 2,5 см3 0,02 % раствора родамина С и доводят до метки водой. Тщательно перемешивают. Через 25 мин фотометрируют на колориметре в кювете с толщиной слоя 50 мм с красным светофильтром № 9 (λ = 630 нм) относительно раствора холостой пробы (с раствором холостой пробы поступают также как и с исследуемым раствором).

10.2 Содержание цинка в растворе определяют по калибровочному графику и пересчитывают на весь объем полученной вытяжки.

10.3 Предел обнаружения 0,30 мг/дм3.

**12 Обработка и представление результата измерений**

121.1 Массовую концентрацию цинкав пробе исследуемой модельной среде *Х*, мг/дм3, рассчитывают по формуле (1):

|  |  |
| --- | --- |
|  | (1) |

где *m*– масса цинка, определенная по градуировочной характеристике, мг;

*V*– объем пробы исследуемой модельной среде, взятой для измерений (с учетом разбавления), см3.

12.2 За результат измерений массовой концентрации цинкав исследуемой модельной среде , мг/дм3, принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

12.3 Результат измерений массовой концентрации цинкав исследуемой модельной среде , мг/дм3, представляют в виде:

*± Δ*, *Р* = 0,95, (2)

или

 ± *U*, *Р* = 0,95, *k = 2* (3)

где *Δ* – значение абсолютной погрешности результата измерений, мг/дм3, рассчитанное по формуле (4):

|  |  |
| --- | --- |
| Δ = *X· 0,0 1· δ* | (4) |

где *δ*– относительная погрешность измерения, % (таблица 1).

*U* – расширенная неопределенность результата измерения, мг/дм3, (таблица 1).

**13. Требования к показателям качества**

Настоящий стандарт обеспечивает получение результатов измерений массовой концентрации цинка с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 1.

**Таблица 1 - Метрологические характеристики МВИ**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений массовой концентрации цинка, мг/дм3 | Показатель, % | | |
| повторяемости,  *σr* | воспроизводимости, *σR* | точности при  *Р* = 0,95, ± *δ*\* |
| От 0,30 и более | 9 | 12 | 30 |
| \* Показатель точности МВИ 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 | | | | |

**14. Контроль точности измерений**

14.1 Перед применением настоящей МВИ необходимо провести ее верификацию, согласно установленной в лаборатории процедуре.

14.2 Контроль точности результатов измерений осуществляют по установленным настоящей МВИ показателям точности (таблица 1) в соответствии с требованиями РМГ 76.

14.3 Оперативный контроль повторяемости проводят при получении каждого результата измерений рабочих проб. Результат контрольной процедуры сравнивают с пределом повторяемости *r*, рассчитанный по формуле (5), и признают удовлетворительным при выполнении условия (6):

|  |  |
| --- | --- |
| *r = 2,77.σr* , | (5) |
| *| X1 – X2 | ≤ 0,01 . r .*, | (6) |

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

14.4 Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб. За результат измерений принимают среднее арифметическое двух результатов измерений  и , выполненных в условиях воспроизводимости. Результат контрольной процедуры сравнивают с пределом воспроизводимости *R,* рассчитанный по формуле (7), и признают удовлетворительным при выполнении условия (8):

|  |  |
| --- | --- |
| *R= 2,77.σR* , | (7) |
| *|  – | ≤ 0,01 . Rл .*, | (8) |

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

**Библиография**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| [1] | ТР ТС 005/2011 | Технический регламент Таможенного Союза «О безопасности упаковки», утвержден Решением Комиссии Таможенного союза от 16 августа 2011 г. №769. |
| [3] | ГОСТ 12.1.004-91 | Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования. |
| [4] | ГОСТ 12.1.007-76 | Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности. |
| [5] | ГОСТ 12.2.007.0-75 | Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности. |
| [6] | ГОСТ 4517 | Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе. |
| [7] | ГОСТ 27025 | Реактивы. Общие указания по проведению испытаний. |

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

**МКС 13.040.40**

**Ключевые слова:** упаковка, определение цинка, водная вытяжка, фотометрический метод

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

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

**МКС 13.040.40**

**Ключевые слова:** упаковка, определение цинка, водная вытяжка, 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

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |