
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32828—
2014

**МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ
В ПОТРЕБИТЕЛЬСКОЙ УПАКОВКЕ
ИЗ КОМБИНИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

**Метод определения
химической стойкости упаковки**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Секретариатом ТК 470/МТК 532 «Молоко и продукты переработки молока» и ООО НТК «Молочная Индустрия»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45-2014)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 октября 2014 г. № 1332-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32828-2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 июля 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МОЛОКО И МОЛОЧНАЯ ПРОДУКЦИЯ В ПОТРЕБИТЕЛЬСКОЙ УПАКОВКЕ ИЗ КОМБИНИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Метод определения химической стойкости упаковки

Milk and milk products in consumer packaging from combined materials.
The method of the package chemical stability determination

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочную продукцию массовой долей жира не менее 3,0 % в потребительской упаковке из комбинированных материалов и устанавливает метод определения химической стойкости по отношению к изооктану слоя упаковки, контактирующего с продукцией.

Стандарт не распространяется на молоко и молочную продукцию в потребительской упаковке из комбинированных материалов, не подлежащих термосвариванию.

Предел обнаружения суммарного содержания экстрагируемых изооктаном веществ из слоя упаковки, контактирующего с продукцией, - 0,1 мг/дм².

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные 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 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты*

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

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

ГОСТ 4095—75 Изооктан технический. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12433—83 Изооктаны эталонные. Технические условия

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

Примечание—При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

выпуском ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **комбинированный материал**: Ламинированный материал, образуемый несколькими составляющими: бумагой, картоном, алюминиевой фольгой, полимером, изготавливаемый путем склеивания, экструзией, нанесением покрытия.

4 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании изооктаном низкомолекулярных веществ из внутреннего слоя упаковки, контактирующего с продуктом, с последующим выпариванием экстрагента до получения сухого остатка и определения его массы весовым методом.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,0001$ г.

Термостат по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт, обеспечивающий поддержание температуры от 30 °С до 100 °С с погрешностью ± 2 °С;

Баня водяная термостатируемая с высотой водяного слоя примерно 10 см.

Испаритель ротационный, с водяной баней, обеспечивающей поддержание температуры от 30 °С до 100 °С с погрешностью ± 2 °С.

Плита металлическая или пластиковая чистая, ровная для резки и подготовки образцов, 250 x 250 мм.

Печь сушильная, обеспечивающая поддержание температуры от 100 °С до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Инструмент режущий, скальпель или острый нож.

Металлический шаблон (пластина, толщиной не менее 0,5 мм с ровными краями без заусенцев), размером (110,0 \pm 0,2) мм, по периметру которого осуществляют вырезание образца режущим инструментом.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427 с пределом измерений 300 мм. Отклонения от номинальных значений длин сантиметровых делений шкалы линейки не должны превышать 0,10 мм, а отклонения от номинальных значений длин миллиметровых делений шкалы линейки - $\pm 0,05$ мм.

Ткань чистая или мягкая кисть.

Чашки выпарительные 2 по ГОСТ 9147.

Цилиндры мерные 1(3)-25-2, 1(3)-50-2, 1(3)-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Изооктан эталонный по ГОСТ 12433 или изооктан технический по ГОСТ 4095.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Аппарат для сварки по нормативным документам, действующим на территории государств, принявших стандарт.

Допускается применение других средств измерения, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор образцов потребительской упаковки из комбинированных материалов

Отбор образцов потребительской упаковки из комбинированных материалов осуществляют в соответствии с требованиями нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Подготовка пакетов из комбинированных материалов

7.1.1 Перед подготовкой пакетов комбинированные материалы тщательно очищают от поверхностных загрязнений, протирая чистой тканью или мягкой кистью.

7.1.2 Изготовление пакетов А и Б

Для изготовления пакета А из предварительно очищенных комбинированных материалов с помощью металлического шаблона на плите для резки режущим инструментом вырезают два квадратных образца, размером 110 x 110 мм. Образцы накладывают друг на друга термосвариваемым слоем внутрь и герметично заваривают по периметру трех сторон так, чтобы внутренний размер пакета составлял $(100,0 \pm 0,2)$ мм.

Аналогичную операцию повторяют для изготовления пакета Б.

7.1.3 Размеры образцов пакетов А и Б проверяют при помощи линейки.

7.1.4 Подготовленный пакет А герметично заваривают, чтобы внутренний размер пакета составлял $(100,0 \pm 0,2)$ мм.

7.1.5 Заваренный пакет А взвешивают с точностью до 0,1 мг.

7.1.6 В подготовленный пакет Б заливают $(50,0 \pm 0,5)$ см³ изооктана так, чтобы капли не попали в зону сварки последнего шва. Герметично заваривают пакет Б, чтобы внутренний размер пакета составлял $(100,0 \pm 0,2)$ мм.

7.1.7 Пакет Б с изооктаном взвешивают с точностью до 0,1 мг.

7.1.8 Из массы пакета Б вычитают массу пакета А.

7.1.9 Пакеты А и Б помещают в термостат на 24 ч при температуре 40 °С. Во время выдержки пакеты периодически переворачивают через каждые 8 ч.

7.1.10 По истечению 24 ч повторяют взвешивание пакетов А и Б и из массы пакета Б вычитают массу пакета А.

7.1.11 Если разница масс пакетов А и Б изменилась, это свидетельствует о том, что пакет Б негерметичен. В этом случае подготовку пакетов по 7.1.1 – 7.1.11 проводят повторно. Если разница масс не изменилась, пакеты пригодны для проведения испытаний.

7.1.12 Если размеры комбинированного материала менее $(100,0 \pm 0,2)$ мм, допускается использование пакетов меньшего размера.

7.2 Подготовка к проведению измерений

7.2.1 Подготовка выпарительных фарфоровых чашек

Выпарительные чашки маркируют для идентификации и помещают в печь или сушильный шкаф при температуре $(105-110)$ °С на (30 ± 5) мин. Выпарительные чашки извлекают и помещают в эксикатор для охлаждения. После охлаждения выпарительных чашек до температуры окружающего воздуха (20 ± 2) °С их взвешивают с точностью до 0,1 мг. После чего повторяют цикл нагрева, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока разница массы выпарительных чашек до высушивания и после будет не более чем $(0,5 \pm 0,1)$ мг.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:
 температура окружающего воздуха (20 ± 2) °С;
 относительная влажность воздуха (65 ± 15) %;
 атмосферное давление (96 ± 10) кПа.

9 Проведение измерений

9.1 Проведение анализа методом испарения

9.1.1 Подготовка контрольного образца

Отмеряют 50 см³ свежего растворителя изооктана в отдельную выпарительную чашку, подготовленную по 7.2.1.

Вскрывают пакет Б, подготовленный по 7.1, и переносят из него 20 – 25 см³ изооктана в подготовленную по 7.2.1 выпарительную чашку и проводят выпаривание на водяной бане, стараясь избегать потерь от разбрызгивания или перегрева. По мере выпаривания растворителя из

выпарительных чашек доливают в них изооктан из пакета Б. Когда изооктан в пакете закончится, его дважды промывают 5 см³ свежего изооктана и выливают содержимое пакета в подготовленную по 7.2.1 выпарительную чашку. Затем промывают пакет еще раз 5 см³, и выливают вновь в выпарительную чашку, после чего продолжают выпаривание.

Когда изооктан почти выпарился, помещают выпарительную чашку в сушильный шкаф или печь при температуре 105 °С–110 °С на (30 ± 5) мин для окончательного выпаривания и высушивания осадка.

Параллельно проводят выпаривание и последующее высушивание контрольного образца.

Выпарительные чашки извлекают из сушильного шкафа и помещают в эксикатор для охлаждения до температуры окружающего воздуха, а затем взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Циклы нагрева в сушильном шкафу, охлаждения и взвешивания выпарительных чашек с осадком и контрольного образца повторяют до тех пор, пока разница между взвешиваниями составит не более (0,5 ± 0,1) мг.

9.1.2 Массу осадка определяют вычитанием массы пустой высушенной выпарительной чашки из массы выпарительной чашки с осадком.

9.2 Проведение анализа методом дистилляции

Пакет Б вскрывают, переливают содержимое в круглодонную колбу. Пакет Б промывают дважды 20 см³ свежего изооктана. Промывочный изооктан вливают в эту же колбу.

Колбу помещают в нагреватель для круглодонных колб и подсоединяют к боковому выводу ротационного испарителя. Перегоняют до тех пор, пока в колбе не останется приблизительно (15–25) см³ содержимого. Выливают оставшийся изооктан в подготовленную по 7.2.1 выпарительную чашку. Промывают колбу 10 см³ свежего изооктана и переливают промывочный изооктан в эту же выпарительную чашку. Затем выпаривание проводят аналогично 9.1.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массу экстрагированных низкомолекулярных веществ из слоя упаковки, контактирующего с продуктом, M , в мг осадка на дм² поверхности образца, вычисляют формуле

$$M = \frac{m_a - m_b}{S}, \quad (1)$$

где m_a – масса осадка образца по 9.1.2, мг;

m_b – масса осадка контрольного образца, мг;

S – площадь внутренних поверхностей пакета Б, дм².

10.2 Результаты испытаний каждого образца вычисляют до первого десятичного знака; среднееарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний в условиях повторяемости рассчитывают с точностью до 0,1 мг/дм².

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Метрологические характеристики метода определения химической стойкости упаковки

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения химической стойкости упаковки при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

| Диапазон измерений химической стойкости, мг/дм ² | Предел повторяемости r , мг/дм ² | Предел воспроизводимости R , мг/дм ² | Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, мг/дм ² |
|---|---|---|--|
| От 0,1 до 10,0 включ. | 0,1 | 0,2 | 0,1 |

11.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов определения химической стойкости упаковки, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований

нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт.*

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \leq r,$$

где X_1 , X_2 – значения результатов двух параллельных определений химической стойкости потребительской упаковки, полученных в условиях повторяемости, мг/дм²;

r – предел повторяемости (сходимости) см. таблицу 1, мг/дм².

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт.

11.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений химической стойкости упаковки, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт.

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \leq R,$$

где X'_1 , X'_2 – значения двух измерений химической стойкости упаковки, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, мг/дм².

R – предел воспроизводимости (см. таблицу 1), мг/дм².

Если данное условие не выполняется, то процедуры повторяют в соответствии с требованиями нормативных документов, действующих на территории государств, принявших стандарт

12 Оформление результатов

Результат определения химической стойкости потребительской упаковки из комбинированных материалов представляют в документах, декларирующих и/или подтверждающих безопасность потребительской упаковки из комбинированных материалов для молока и молочной продукции, в виде:

$$A = X_{cp} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95,$$

где X_{cp} – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг/дм³;
 Δ – границы абсолютной погрешности измерений, мг/дм².

13 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

– помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005;

– требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;

– требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с ГОСТ 12.4.009.

14 Требования к оператору

Выполнение измерений может проводить специалист, имеющий специальное образование, освоивший метод и уложившийся в норматив контроля точности при выполнении процедур контроля точности.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»

УДК 637.1

МКС 67.100.10

Ключевые слова: молоко, молочная продукция с массовой долей жира не менее 3 %, химическая стойкость, потребительская упаковка из комбинированных материалов, подлежащая термосвариванию, изооктан, пакет, экстракция, выпаривание, дистилляция, обработка результатов

Подписано в печать 02.02.2015. Формат 60x84^{1/8}.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 35 экз. Зак. 287.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru