МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33023— 2014

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Определение массовой доли свинца методом атомной абсорбции с электротермической атомизацией

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 июля 2016 г. № 788-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33023—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе методики выполнения измерений МВИ.МН 4527—2012 «Методика выполнения измерений по определению содержания свинца в парфюмерно-косметической продукции методом атомной абсорбции с электротермической атомизацией», аттестованной БелГИМ. Свидетельство об аттестации № 751/2012 от 19 декабря 2012 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

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

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

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов . . . 2
5.1 Требования безопасности . . . 2
5.2 Требования к квалификации операторов . . . 2
6 Условия проведения измерений . . . 3
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы . . . 3
8 Подготовка к проведению измерений . . . 4
8.1 Отбор проб . . . 4
8.2 Подготовка лабораторной посуды . . . 4
8.3 Приготовление растворов . . . 4
8.4 Подготовка проб к измерениям . . . 4
8.5 Минерализация и приготовление раствора пробы и контрольного раствора . . . 5
8.6 Разбавление растворов . . . 7
8.7 Приготовление промежуточных и градуировочных растворов . . . 7
8.8 Подготовка спектрометра к работе и выбор условий проведения измерений . . . 8
9 Порядок проведения измерений . . . 8
9.1 Градуировка . . . 8
9.2 Проведение измерений растворов проб и контрольных растворов . . . 9
10 Обработка результатов измерений . . . 10
10.1 Расчет коэффициента разбавления . . . 10
10.2 Расчет массовой доли элемента в пробе . . . 10
10.3 Окончательный результат измерений . . . 10
11 Оформление результатов измерений . . . 10
11.1 Форма представления результата измерения с использованием погрешности . . . 10
11.2 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли свинца с использованием предела измерений . . . 11
11.3 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли свинца с использованием верхней границы диапазона измерений . . . 11
12 Метрологические характеристики . . . 11
13 Контроль точности результатов измерений . . . 12
13.1 Оперативный контроль точности результатов измерений, производимый в ходе градуировки и измерений растворов проб . . . 12
13.2 Оперативный контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости . . . 12
13.3 Контроль результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости . . . 12
13.4 Контроль точности . . . 12
13.5 Контроль стабильности результатов измерений . . . 13

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Определение массовой доли свинца методом атомной абсорбции с электротермической атомизацией

Perfume and cosmetic products.
Determination of mass fraction of lead by electrothermal atomization atomic absorption method

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод атомной абсорбции с электротермической атомизацией для определения массовой доли свинца в парфюмерно-косметической продукции.

Диапазоны измерений и пределы измерений массовой доли свинца для разных видов парфюмерно-косметической продукции приведены в таблице 2.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

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

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

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

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

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

Издание официальное

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29188.0 Продукция парфюмерно-косметическая. Правила приемки, отбор проб, методы органолептических испытаний

ГОСТ 29228 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если 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 применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **диапазон градуировки**: Интервал массовых концентраций свинца в растворе, в котором допускается проводить измерения в соответствии с данным стандартом без проведения автоматического разбавления.

3.2 **верхняя граница диапазона градуировки**: Массовая концентрация, выше которой программное обеспечение спектрометра не производит обработку измеренного значения абсорбции с использованием градуировочного графика без проведения автоматического разбавления.

3.3 **нижняя граница диапазона градуировки**: Минимальная массовая концентрация свинца в градуировочном растворе.

4 Сущность метода

Для измерения массовой доли свинца используется метод, предусматривающий проведение сухого озоления пробы с последующим растворением золы в растворе соляной кислоты. В процессе измерения аликвота раствора минерализата вводится в графитовую печь электротермического атомизатора, выпаривается и нагревается до температуры атомизации в атмосфере аргона, после чего измеряется абсорбция образовавшегося атомного пара свинца.

5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов

5.1 Требования безопасности

При проведении работ по определению свинца персонал должен знать и строго соблюдать на рабочем месте требования:

- электробезопасности — по ГОСТ 12.2.003;
- пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004;
- техники безопасности при работе в химической лаборатории;
- техники безопасности, изложенные в эксплуатационных документах оборудования, применяемого при проведении измерений, в том числе с сосудами, работающими под давлением.

5.2 Требования к квалификации операторов

К проведению работ в соответствии с настоящим стандартом допускаются лица, имеющие высшее специальное образование по профилю выполняемых работ, прошедшие обучение приемам работы на оборудовании, освоившие выполнение всех операций, предусмотренных настоящим стандартом.

6 Условия проведения измерений

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — (20 ± 5) °С;
- температура при приготовлении промежуточных и градуировочных растворов — (20 ± 2) °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 %.

Помещения для проведения измерений должны быть оснащены приточно-вытяжной вентиляцией и подводкой воды.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

Атомно-абсорбционный спектрометр, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 283,3 нм, укомплектованный электротермическим атомизатором (графитовая печь), автосамплером и источником резонансного излучения свинца и имеющий программное обеспечение, позволяющее рассчитывать массовую концентрацию определяемого элемента по предварительно построенному градуировочному графику.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (80 ± 5) °С.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 500 г, пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

Термометры с диапазоном измерения от 0 до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Центрифуга лабораторная, обеспечивающая скорость вращения не менее 7000 об/мин.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 250 до 500 °С при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 25 °С.

Электроплитка лабораторная.

Воронки В-36-80 ХС, В-56-80 ХС, В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Графитовые кюветы с пиролитическим покрытием, кюветы с платформами с пиролитическим покрытием согласно технической документации атомно-абсорбционного спектрометра.

Колбы 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 500 $см^3$, 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$, 2-го класса точности по ГОСТ 29228.

Пробирки для центрифугирования вместимостью от 10 до 50 $см^3$.

Стаканы Н-1-100 или Н-1-150 по ГОСТ 25336.

Ступки фарфоровые с пестиками по ГОСТ 9147.

Фильтры обеззоленные диаметром 7 см (синяя лента).

Цилиндры 1-10-2, 1-25-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Чаши кварцевые вместимостью 100, 160 $см^3$ по ГОСТ 19908 или чаши фарфоровые № 3, 4, 5 по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Аргон газообразный в баллонах по ГОСТ 10157, высший сорт.

Вода деионизированная с удельным сопротивлением не менее 3 МОм/см. Допускается использовать воду бидистилированную.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Дигидрофосфат аммония с массовой долей основного вещества не менее 99,99 %, массовой долей свинца не более 0,000001 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч., плотностью 1,42 $г/см^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч., плотностью 1,185 $г/см^3$.

Стандартный образец состава раствора ионов свинца с массовой концентрацией 1,00 $г/дм^3$ и относительной погрешностью аттестованного значения ± 1,0 %.

Допускается применение аналогичных средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ 29188.0. Из выборки составляют объединенную пробу в соответствии с нормативными документами на продукцию.

8.2 Подготовка лабораторной посуды

Новую и сильно загрязненную лабораторную посуду после обычной мойки в растворе моющего средства промывают водопроводной и ополаскивают дистиллированной водой. Перед использованием посуду промывают раствором азотной (х. ч.) или соляной кислоты с объемным соотношением кислота : вода, равным 1 : 1, промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой два раза и высушивают.

8.3 Приготовление растворов

8.3.1 Раствор соляной кислоты с объемным соотношением кислота : вода, равным 1 : 1

В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ цилиндром вносят 100 $см^3$ деионизированной воды, прибавляют отмеренные цилиндром 100 $см^3$ соляной кислоты и перемешивают. Раствор хранят при температуре от 15 до 25 °С не более 3 мес.

8.3.2 Раствор азотной кислоты ос. ч. с объемным соотношением кислота : вода, равным 1 : 1

В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ цилиндром вносят 100 $см^3$ деионизированной воды, прибавляют отмеренные цилиндром 100 $см^3$ азотной кислоты ос. ч. и перемешивают. Раствор хранят при температуре от 15 до 25 °С не более 3 мес.

8.3.3 Раствор азотной кислоты с массовой долей 1 %

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ наливают 100—200 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные пипеткой 10 $см^3$ азотной кислоты ос. ч. После перемешивания раствора доводят объем до метки деионизированной водой. При использовании кислоты плотностью, отличной от указанной в разделе 7, ее объем необходимо пересчитывать. Раствор хранят при температуре от 15 до 25 °С не более 3 мес.

8.3.4 Раствор соляной кислоты с молярной концентрацией 0,2 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 100—150 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные пипеткой 8,3 $см^3$ соляной кислоты. После перемешивания раствора доводят объем до метки деионизированной водой. При использовании кислоты плотностью, отличной от указанной в разделе 7, ее объем необходимо пересчитывать. Раствор хранят при температуре от 15 до 25 °С не более 3 мес.

8.3.5 Раствор соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 150—200 $см^3$ деионизированной воды, затем добавляют отмеренные цилиндром 83 $см^3$ соляной кислоты. После перемешивания раствора доводят объем до метки деионизированной водой. При использовании кислоты плотностью, отличной от указанной в разделе 7, ее объем необходимо пересчитывать. Раствор хранят при температуре от 15 до 25 °С не более 3 мес.

8.3.6 Раствор модификатора

Приготовление модификатора (раствора дигидрофосфата аммония) производят согласно рекомендациям, приведенным в технических документах по эксплуатации спектрометра.

8.3.7 Раствор азотной кислоты х. ч. с объемным соотношением кислота : вода, равным 1 : 1

В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ цилиндром вносят 100 $см^3$ деионизированной воды, прибавляют отмеренные цилиндром 100 $см^3$ азотной кислоты х. ч. и перемешивают. Раствор хранят при температуре от 15 до 25 °С не более 6 мес.

8.4 Подготовка проб к измерениям

Для проведения измерений используют объединенную пробу согласно 8.1.

Компактные изделия предварительно измельчают до порошкообразного состояния. Изделия на жировосковой основе растирают в ступке.

Перед взятием навески объединенную пробу тщательно перемешивают.

В чашу из подготовленной к испытаниям объединенной пробы берут навеску массой, указанной в таблице 1 (результат взвешивания фиксируют до второго знака после запятой).

Таблица 1 — Масса навески пробы

Номер группы	Наименование продукции	Масса навески, г
1	Изделия парфюмерные жидкие (духи, одеколоны, парфюмерные, туалетные и душистые воды), лосьоны, лосьоны-тоники, тоники, средства для завивки и укладки волос, дезодоранты, лаки для волос, жидкие эликсиры, полоскания, ополаскиватели, освежители, бальзамы, жидкости для снятия лака и растворители	5,00
2	Средства, предназначенные для ухода за кожей, ногтями и волосами (косметические кремы, молочко, сливки, сметанка, эмульсии, маски, пилинги, скрабы, кремы на гелевой основе и др.). Изделия косметические гигиенические моющие, предназначенные для гигиенического ухода за волосами и кожей: шампуни, жидкое мыло, моющие гели (для душа, для ванн, для интимной гигиены), средства очищающие (пенки, гели, муссы), кремы, гели и пенки для бритья, пена для ванн, моющие изделия (кроме твердого туалетного мыла)	2,00
3	Мыло твердое туалетное, дезодоранты сухие твердые, гигиенические губные помады, средства для холодной завивки	1,00
4	Средства гигиены полости рта на основе карбоната кальция или натрия: - зубные порошки - зубные пасты	 0,50 1,00
5	Изделия декоративной косметики на эмульсионной основе, предназначенные для макияжа лица, губ, тела и волос: тональные средства (тональные кремы, базы, основы), румяна, тени для век, блеск для губ, лица и тела, тушь для волос, жидкие тушь для ресниц, подводка для глаз и др. Изделия декоративной косметики на жировосковой основе, предназначенные для макияжа и ухода за кожей, глазами и губами: губные помады (в том числе жидкие), блеск и бальзам для губ, тени для век, маскирующие карандаши, румяна, пудра, театральный грим, контурные карандаши для бровей, век и губ, твердая тушь для ресниц и др. Красящие средства для волос	1,00
6	Изделия порошкообразные и компактные, предназначенные для макияжа лица, тела и волос: пудра, блеск для лица, тела и волос, румяна, тени для век, тальк, присыпка и др. Средства для ухода за ногтями и их окраски: эмали, закрепители и маникюрные лаки	1,00
7	Средства гигиены полости рта на основе диоксида кремния	1,00

Проводят два параллельных определения, отбирая от объединенной пробы по две навески. В контрольную чашу навеску пробы не вносят.

8.5 Минерализация и приготовление раствора пробы и контрольного раствора

8.5.1 Минерализация пробы методом «сухого» озоления

Чаши с навесками проб, содержащих более 80 % влаги, спирта или другого легколетучего ингредиента, предварительно помещают на водяную баню или на плитку со слабым нагревом при температуре от 80 до 100 °С и выпаривают досуха. Чаши с навесками проб, содержащих менее 80 % легколетучих ингредиентов или предварительно высушенные, как указано выше, обугливают на электроплитке до прекращения выделения дыма.

После окончания обугливания на электроплитке минерализацию проб проводят в электропечи. Чаши помещают в электропечь, нагретую до температуры 250 °С, и постепенно (на 50 °С через каждые 30 мин) повышают температуру до 500 °С. Продолжают минерализацию при этой температуре в течение 4—6 ч.

Чашу с золой вынимают из электропечи, охлаждают до комнатной температуры и смачивают содержимое по каплям 1—3 $см^3$ деионизированной воды. При наличии в золе частиц углерода их растирают стеклянной палочкой. Выпаривают воду досуха на электроплитке со слабым нагревом или на

кипящей водяной бане и снова помещают чашу с пробой в электропечь, доводят температуру до 500 °С за 30 мин. и выдерживают при этой температуре в течение 1—2 ч. Указанный цикл повторяют до тех пор, пока зола не станет белой или равномерно окрашенной, без обугленных частиц.

Если после проведения трех циклов обработки чаш с навесками проб продукции, относящейся к группам 1—3 согласно таблице 1, в золе все еще присутствуют обугленные частицы, то такие чаши обрабатывают раствором азотной кислоты, приготовленным по 8.3.2, добавляя его по каплям таким образом, чтобы все содержимое чаши пришло в контакт с раствором кислоты. После обработки чаши помещают на электроплитку со слабым нагревом, выпаривают кислоту, после чего помещают в электропечь, доводят температуру до 350 °С за 20 мин и выдерживают при этой температуре в течение 1 ч. Данный цикл повторяют несколько раз до получения белой или равномерно окрашенной золы.

Чаши с навесками проб продукции, относящейся к группам 4—7, обработке раствором азотной кислоты не подвергают.

8.5.2 Приготовление раствора пробы и контрольного раствора

8.5.2.1 Приготовление раствора пробы после проведения минерализации проб продукции, относящейся к группам 1—3 согласно таблице 1

Содержимое чаши растворяют в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3, приготовленном по 8.3.5, и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Затем раствор в мерной колбе доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Если в растворе присутствует муть или взвешенные частицы, его фильтруют через складчатый бумажный фильтр или центрифугируют в следующем режиме: 7000 об/мин, 10 мин.

Полученный раствор хранят в закрытой посуде из химически стойкого стекла или полипропилена при температуре не выше 25 °С не более 10 сут.

8.5.2.2 Приготовление раствора пробы после проведения минерализации проб продукции, относящейся к группе 4 согласно таблице 1

Содержимое чаши переносят раствором соляной кислоты молярной концентрацией 0,2 моль/дм^3, приготовленным по 8.3.4, в мерную колбу вместимостью 100 см^3, используя для этого 10—12 см^3 данного раствора.

К содержимому мерной колбы медленно при помешивании приливают раствор соляной кислоты молярной концентрацией 2,0 моль/дм^3, приготовленный по 8.3.5, в таком количестве, чтобы колба заполнилась примерно наполовину своей вместимости. Перемешивают содержимое колбы до полного растворения. Если осадок растворяется не полностью, колбу помещают на водяную баню при температуре (80 ± 5) °С на 30 мин. Содержимое колбы, помещенной на водяную баню, периодически интенсивно перемешивают (через каждые 10 мин.).

Затем колбу с раствором охлаждают до температуры окружающей среды, доводят до метки раствором соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3, приготовленным по 8.3.5, и перемешивают.

Если в растворе присутствует муть или взвешенные частицы, его фильтруют через складчатый бумажный фильтр или центрифугируют в следующем режиме: 7000 об/мин, 10 мин.

Полученный раствор допускается хранить в закрытой посуде из химически стойкого стекла или полипропилена при температуре не выше 25 °С не более 10 сут.

8.5.2.3 Приготовление раствора пробы после проведения минерализации проб продукции, относящейся к группам 5—7 согласно таблице 1

Содержимое чаши переносят минимальным объемом (5—7 см^3) раствора соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3, приготовленного по 8.3.5, в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Отмеривают цилиндром 25 см^3 раствора соляной кислоты с объемным соотношением кислота : вода, равным 1 : 1, приготовленного по 8.3.1. При наличии в чаше остатков золы их переносят в мерную колбу, добавляя порциями по 2—3 см^3 раствор соляной кислоты из цилиндра. Оставшийся в цилиндре раствор соляной кислоты также приливают в мерную колбу. При неполном растворении золы чашу с раствором соляной кислоты с объемным соотношением кислота : вода, равным 1 : 1, помещают на электроплитку со слабым нагревом.

Содержимое мерной колбы перемешивают и помещают колбу на водяную баню при температуре (80 ± 5) °С на 30 мин. Содержимое колбы, помещенной на водяную баню, периодически интенсивно перемешивают (через каждые 10 мин.).

Если после выдерживания на бане в колбе остался нерастворимый осадок, колбу охлаждают до температуры окружающей среды и добавляют в нее отмеренные цилиндром 5 см^3 соляной кислоты, после чего выдерживают на водяной бане при температуре (80 ± 5) °С еще 30 мин.

Затем колбу с раствором охлаждают до температуры окружающей среды, раствор доводят до метки деионизированной водой и перемешивают.

Если в растворе присутствует муть или взвешенные частицы, его фильтруют через складчатый бумажный фильтр или центрифугируют в следующем режиме: скорость 7000 об/мин, 10 мин.

Полученный раствор хранят в закрытой посуде из химически стойкого стекла или полипропилена при температуре не выше 25 °С не более 10 сут.

8.5.3 Приготовление контрольного раствора

Приготовление контрольного раствора производят согласно 8.5.2.1—8.5.2.3 с использованием контрольной чаши, прошедшей стадии подготовки по 8.5.1.

Полученный контрольный раствор хранят в закрытой посуде из химически стойкого стекла или полипропилена при температуре не выше 25 °С не более 10 сут.

8.6 Разбавление растворов

Разбавление раствора пробы и контрольного раствора производят в случаях, указанных в 9.2.1.

Аликвоту раствора пробы или контрольного раствора вносят в мерную колбу. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3, приготовленным по 8.3.5, и перемешивают.

Объем аликвоты и вместимость мерной колбы подбирают в зависимости от требуемого коэффициента разбавления, рассчитываемого по формуле (5).

Коэффициент разбавления выбирают таким образом, чтобы измеренная массовая концентрация элемента в разбавленном растворе находилась в диапазоне градуировки.

8.7 Приготовление промежуточных и градуировочных растворов

8.7.1 Приготовление промежуточных растворов

8.7.1.1 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией свинца 10,0 мг/дм^3

Пипеткой отбирают 1,0 см^3 раствора стандартного образца с массовой концентрацией свинца 1,00 г/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором азотной кислоты массовой долей 1 %, приготовленным по 8.3.3. Приготовленный раствор хранят в склянке с притертой пробкой в темноте при температуре не выше 25 °С не более 3 мес.

8.7.1.2 Приготовление промежуточного раствора с массовой концентрацией свинца 0,50 мг/дм^3

Отбирают пипеткой 5,0 см^3 раствора с массовой концентрацией свинца 10,0 мг/дм^3, приготовленного по 8.7.1.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки раствором азотной кислоты массовой долей 1 %, приготовленным по 8.3.3. Приготовленный раствор хранят в склянке с притертой пробкой в темноте при температуре не выше 25 °С не более 1 мес.

8.7.2 Приготовление градуировочных растворов свинца

Для приготовления градуировочных растворов свинца в мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой аликвоты промежуточного раствора свинца массовой концентрацией 0,50 мг/дм^3 по 8.7.1.2 и доводят объем до метки раствором соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3, приготовленным по 8.3.5.

Объем аликвоты промежуточного раствора свинца $V_а$, см^3, требуемой для приготовления градуировочного раствора, рассчитывают по формуле:

$$V_а = \frac{V_К \cdot C_{гр}}{1000 \cdot C_{пр}}, \quad (1)$$

где $V_К$ — объем приготавливаемого градуировочного раствора, см^3;

$C_{гр}$ — массовая концентрация свинца в градуировочном растворе, мкг/дм^3;

$C_{пр}$ — массовая концентрация свинца в промежуточном растворе, мкг/дм^3;

1000 — коэффициент для пересчета единиц измерения.

При использовании системы автоматического разбавления допускается готовить один основной градуировочный раствор, из которого с помощью данной системы в оперативном режиме готовят остальные градуировочные растворы.

Количество градуировочных растворов должно быть четыре, а значения массовых концентраций свинца в них должны быть равномерно распределены в интервале от 5 до 40 мкг/дм^3.

Градуировочные растворы хранят в склянках с притертой пробкой в темноте при температуре не выше 25 °С не более 10 сут.

8.7.3 Нулевой градуировочный раствор (бланк)

В качестве нулевого градуировочного раствора (бланка) используют раствор соляной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм^3, приготовленный по 8.3.5.

8.8 Подготовка спектрометра к работе и выбор условий проведения измерений

Подготовку прибора к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют по прилагаемому к спектрометру руководству по эксплуатации. При настройке спектрометра необходимо выполнение следующих действий, способствующих уменьшению дрейфа, увеличению чувствительности и отношения сигнал/шум:

- прогрев источника резонансного излучения перед началом измерений до получения стабильной интенсивности излучения;
- юстировка источников резонансного излучения;
- точная настройка монохроматора на резонансную линию по максимуму излучения;
- юстировка электротермического атомизатора.

При анализе растворов проб, приготовленных по:

- 8.5.2.1 и 8.5.2.3, используют графитовые кюветы с пиролитическим покрытием;
- 8.5.2.2, используют кюветы с платформой с пиролитическим покрытием.

Рекомендуемые параметры аналитического метода:

- длина волны — 283,3 нм;
- ширина щели монохроматора — 0,5 нм;
- фоновая коррекция — включена;
- горячая инжекция — включена;
- ввод модификатора — преинжекция;
- режим измерения — высота пика*;
- количество измерений градуировочных растворов — 2;
- количество измерений растворов проб — 2.

Остальные параметры рабочего режима спектрометра устанавливают в соответствии с рекомендациями, указанными в прилагаемой к спектрометру технической документации.

9 Порядок проведения измерений

9.1 Градуировка

9.1.1 Проведение градуировки

В ходе градуировки последовательно измеряют нулевой градуировочный раствор (бланк), устанавливая нуль градуировки, и градуировочные растворы в порядке возрастания значений массовой концентрации свинца.

Каждый градуировочный раствор измеряют два раза, результат измерений рассчитывают как среднее арифметическое измеренных значений абсорбции.

Обработку аналитического сигнала (абсорбции) при единичных измерениях и построение градуировочного графика производят при помощи программного обеспечения спектрометра.

При проведении градуировки или сразу же после ее построения проводят контроль приемлемости градуировки по 9.1.2. Контролируют инструментальную прецизионность по 9.1.2.1 для каждого градуировочного раствора, кроме нулевого, и достоверность аппроксимации градуировочной функции по 9.1.2.2. При получении отрицательного результата контроля приемлемости градуировки следует прервать проведение градуировки (измерений), устранить причины, приведшие к появлению отрицательного результата, и выполнить градуировку повторно.

---

* При анализе растворов проб, приготовленных по 8.5.2.2, режим измерения — площадь пика.

9.1.2 Контроль приемлемости градуировки

9.1.2.1 Контроль инструментальной прецизионности

Проверяют соответствие относительного стандартного отклонения RSD_{repl}, %, рассчитанного по результатам двух измерений, следующему условию:

$$RSD_{repl} \leq 5\%. \quad (2)$$

При невыполнении условия (2) необходимо повторно провести измерение данного раствора. Если при повторном измерении условие (2) не выполняется, то результат контроля инструментальной прецизионности является отрицательным.

9.1.2.2 Контроль достоверности аппроксимации градуировочной функции

Проверяется соответствие условию (3) коэффициента достоверности аппроксимации R^2 градуировочной функции:

$$R^2 \geq 0{,}9995. \quad (3)$$

При невыполнении условия (3) результат контроля достоверности аппроксимации градуировочной функции является отрицательным.

9.2 Проведение измерений растворов проб и контрольных растворов

9.2.1 Проведение измерений

Измерения растворов проб производят сериями, включающими не более 20 растворов. Каждый раствор измеряют два раза, результат измерений рассчитывают как среднее арифметическое измеренных значений абсорбции. В ходе измерений для растворов проб, у которых измеренная абсорбция выше значения, соответствующего нижней границе диапазона градуировки, выполняют контроль инструментальной прецизионности в соответствии с 9.1.2.1.

Проводят измерение серии растворов проб и контрольных растворов. Растворы, результаты измерений которых при проведении контроля инструментальной прецизионности не соответствуют условию (2), подлежат повторному измерению. Если при этом получены неудовлетворительные результаты контроля инструментальной прецизионности, то производят поиск и устранение причин, приведших к появлению неудовлетворительных результатов контроля, после чего проводят измерение данных растворов повторно.

Массовую концентрацию свинца в растворе рассчитывают в случае, если среднее значение абсорбции не превышает верхней границы диапазона градуировки.

При получении результатов измерений абсорбции, превышающих верхнюю границу диапазона градуировки, разбавляют раствор пробы по 8.6 и измеряют разбавленный раствор. Допускается использовать для разбавления растворов систему автоматического разбавления при выполнении условия:

$$C_x \leq K_{max} \cdot C_{max\ grad}, \quad (4)$$

где C_x — измеренная массовая концентрация свинца в растворе, мкг/дм^3;

K_{max} — максимально допустимое значение коэффициента разбавления, определяемое согласно техническим документам по эксплуатации спектрометра;

$C_{max\ grad}$ — верхняя граница диапазона градуировки, мкг/дм^3.

Результат измерения разбавленного раствора пробы должен находиться в диапазоне градуировки.

В конце каждой серии проводят контроль стабильности градуировки по 9.2.2. В случае получения отрицательного результата контроля стабильности градуировки производят повторную градуировку и измерение растворов текущей серии.

9.2.2 Контроль стабильности градуировки

9.2.2.1 Контроль нуля градуировки

Измеряют массовую концентрацию свинца в нулевом градуировочном растворе (бланке). Если полученная величина не больше 2 % от концентрации максимального градуировочного раствора, то результат контроля нуля градуировки является положительным, в противном случае — отрицательным.

9.2.2.2 Контроль наклона градуировки

Измеряют раствор с заданной массовой концентрацией свинца, которая находится в пределах от середины до верхней границы диапазона градуировки. Если полученная величина отклоняется от фактической массовой концентрации не более чем на 10 %, то результат контроля наклона градуировки является положительным, в противном случае — отрицательным.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Расчет коэффициента разбавления

Коэффициент разбавления K определяют по формуле:

$$K = \frac{V_р}{V_а}, \quad (5)$$

где $V_р$ — объем разбавленного раствора, см^3;

$V_а$ — объем аликвоты, взятый для разбавления, см^3.

10.2 Расчет массовой доли элемента в пробе

Массовую долю элемента в пробе X, млн$^{-1}$ (мг/кг), рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(C_х - C_к) \cdot V \cdot K}{m \cdot 1000}, \quad (6)$$

где $C_х$ — массовая концентрация элемента в растворе пробы, мкг/дм^3;

$C_к$ — массовая концентрация элемента в контрольном растворе, мкг/дм^3;

V — исходный объем раствора пробы, см^3;

M — масса навески пробы, г;

K — коэффициент разбавления;

1000 — коэффициент для пересчета единиц.

Расчет ведут до третьего десятичного знака.

Если разность $C_х - C_к$ оказывается меньше нижней границы диапазона градуировки (минимального значения массовой концентрации элемента в градуировочных растворах), то расчет по формулам (6), (7) не производят, а дают одностороннюю оценку массовой доли элемента с использованием предела измерения по 11.2.

10.3 Окончательный результат измерений

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений при выполнении условия повторяемости по 13.2:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (7)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений массовой доли свинца в образце, млн$^{-1}$ (мг/кг).

Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

При получении значения $\overline{X}$ меньше предела измерений, приведенного в таблице 2, дают одностороннюю оценку массовой доли элемента с использованием предела измерений по 11.2.

При получении значения $\overline{X}$ больше верхней границы диапазона измерений, равной 25,00 млн$^{-1}$ (мг/кг), дают одностороннюю оценку массовой доли элемента с использованием верхней границы диапазона измерений по 11.3.

11 Оформление результатов измерений

11.1 Форма представления результата измерения с использованием погрешности

Результат измерений при доверительной вероятности P = 0,95 может быть представлен в виде:

$$\left(\overline{X} + \Delta\right), \text{ мг/кг,}$$

где $\overline{X}$ — результат измерений, мг/кг, полученный в соответствии с настоящим стандартом и рассчитанный согласно разделу 10;

Δ — границы абсолютной погрешности результата измерений массовой доли свинца, мг/кг, рассчитываемые по формуле:

$$\Delta = \frac{\overline{X} \cdot \delta}{100}, \quad (8)$$

где δ — границы относительной погрешности, %, приведенные в таблице 2.

11.2 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли свинца с использованием предела измерений

Если величина массовой доли свинца оказывается меньше предела измерений LQ, млн$^{-1}$(мг/кг), приведенного в таблице 2, то дают одностороннюю оценку массовой доли свинца в образце в миллионных долях (млн$^{-1}$) или в миллиграммах на килограмм (мг/кг) в виде

менее LQ.

11.3 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли свинца с использованием верхней границы диапазона измерений

Если значение $\overline{X}$, рассчитанное по формуле (7), оказывается больше верхней границы диапазона измерений 25,00 млн$^{-1}$ (мг/кг), то дают одностороннюю оценку массовой доли свинца в образце в миллионных долях (млн$^{-1}$) или в миллиграммах на килограмм (мг/кг) в виде

более 25,00.

12 Метрологические характеристики

Настоящий метод обеспечивает измерение массовой доли свинца в указанном ниже диапазоне с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 2.

Таблица 2 — Метрологические характеристики*

Виды продукции	Диапазон измерений, млн$^{-1}$ (мг/кг)	Относительный предел повторяемости (P = 0,95, n = 2) r, %	Критическая разность (P = 0,95, n = 2) CD, %	Границы относительной погрешности (P = 0,95) ± Δ, %
Изделия парфюмерные жидкие (духи, одеколоны, парфюмерные, туалетные и душистые воды), лосьоны, лосьоны-тоники, тоники, средства для завивки и укладки волос, дезодоранты, лаки для волос, жидкие эликсиры, полоскания, ополаскиватели, освежители, бальзамы, жидкости для снятия лака и растворители, косметические кремы, молочко, сливки, сметанка, эмульсии, маски, пилинги, скрабы, кремы на гелевой основе и другие аналоги, шампуни, жидкое мыло, моющие гели, средства очищающие (пенки, гели, муссы), кремы, гели и пенки для бритья, моющие изделия, гигиенические губные помады, мыло твердое туалетное, дезодоранты сухие твердые, средства для холодной завивки	0,20—25,00	14	24	21
Изделия декоративной косметики на жировосковой и эмульсионной основе; изделия порошкообразные и компактные, предназначенные для макияжа лица, тела и волос; красящие средства для волос; средства для окраски ногтей; средства гигиены полости рта на основе диоксида кремния; зубные пасты на основе карбоната кальция или натрия	0,50—25,00	18	34	30
Зубные порошки на основе карбоната кальция или натрия	1,00—25,00	18	34	30

* Предел измерения представлен в таблице 2 как нижняя граница диапазона измерений.

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Оперативный контроль точности результатов измерений, производимый в ходе градуировки и измерений растворов проб

В ходе градуировки и измерений проводят следующие процедуры контроля точности результатов измерений:

- контроль инструментальной прецизионности, выполняемый по 9.1.2.1;
- контроль достоверности аппроксимации градуировочной функции, выполняемый по 9.1.2.2;
- контроль нуля градуировки, выполняемый по 9.2.2.1;
- контроль наклона градуировки, выполняемый по 9.2.2.2.

13.2 Оперативный контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Результаты двух параллельных измерений считают приемлемыми, если абсолютная величина расхождения между ними по отношению к их среднему арифметическому значению не превышает относительного значения предела повторяемости r:

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}} \cdot 100 \le r. \qquad (9)$$

Относительные значения предела повторяемости r приведены в таблице 2.

13.3 Контроль результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Результаты двух измерений, полученные в условиях воспроизводимости, считают приемлемыми, при соблюдении условия:

$$\frac{|\overline{X}_1 - X_2|}{\overline{\overline{X}}} \le CD, \qquad (10)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — средние значения результатов измерений одного образца продукции, полученные в разных лабораториях, рассчитанные по формуле (7), при соблюдении условия повторяемости по 13.2, мг/кг;

CD — значение критической разности, мг/кг, приведенное в таблице 2;

$\overline{\overline{X}}$ — общее среднее арифметическое значение, рассчитываемое по формуле:

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\overline{X}_1 + \overline{X}_2}{2}. \qquad (11)$$

При невыполнении условия (10) для разрешения различий между результатами, полученными двумя лабораториями, используют процедуры, указанные в ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 5).

13.4 Контроль точности

Контроль точности производят путем анализа образца с заранее известным значением массовой доли свинца — лабораторного контрольного образца (ЛКО).

В качестве ЛКО может быть использован:

- стандартный образец;
- образец, значение массовой доли свинца в котором получено при проведении межлабораторных сличительных испытаний;
- образец с добавкой свинца.

Лабораторный контрольный образец выбирают таким образом, чтобы с течением времени при хранении он оставался стабильным по массовой доле свинца.

Относительное расхождение $\Delta_{ЛКО}$, %, между массовой долей свинца $\overline{X}_{изм}$, млн$^{-1}$ (мг/кг), полученной в результате измерений ЛКО, и известным (приписанным) значением $\overline{X}_{ат}$, млн$^{-1}$ (мг/кг), определяют по формуле:

$$\Delta_{ЛКО} = \frac{\overline{X}_{изм} - X_{ат}}{X_{ат}} \cdot 100. \qquad (12)$$

Результат проведения контроля точности считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$\Delta_{ЛКО} \le \sqrt{\delta_{ат}^2 + \delta^2}, \quad (13)$$

где $\delta_{ат}$ — границы относительной погрешности аттестованного или приписанного значения массовой доли свинца в ЛКО, %;

δ — границы относительной погрешности, %, приведенные в таблице 2.

13.5 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 с использованием контрольных карт. Контрольные карты строят по результатам измерений рабочих проб или ЛКО и используют их для проверки стабильности показателей точности.

УДК 665.57/.58:543.421:006.354 МКС 71.040.40; 71.100.70

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, определение содержания свинца, атомно-абсорбционный спектрометр, электротермическая атомизация, минерализация, стандартный раствор, градуировочные растворы

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 01.04.2019. Подписано в печать 09.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,86.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru