МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 19448— 2020

Продукция парфюмерно-косметическая

СРЕДСТВА ГИГИЕНЫ ПОЛОСТИ РТА

Определение концентрации фторидов в водных растворах с использованием фторид-селективного электрода

(ISO 19448:2018, Dentistry — Analysis of fluoride concentration in aqueous solutions by use of fluoride ion-selective electrode, IDT)

Издание официальное

**Москва
Российский институт стандартизации
2024**

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 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 30 января 2020 г. № 126-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 января 2024 г. № 66-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 19448—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 19448:2018 «Стоматология. Анализ концентрации фторидов в водных растворах с использованием фторидного ионоселективного электрода» («Dentistry — Analysis of fluoride concentration in aqueous solutions by use of fluoride ion-selective electrode», IDT).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 217 «Косметика» Международной организации по стандартизации (ISO).

В стандарт внесены следующие редакционные изменения:

- во введении и области применения исключены слова «фтористые лаки», т. к. они не относятся к парфюмерно-косметической продукции;
- устранена опечатка в части указания точности объема пробы (в пунктах 8.3.1, 8.3.3, 8.4.1, 8.4.3 значение «4,950» заменено на «4,95») в соответствии с указанными в пункте 6.4 требованиями к применяемым пипеткам по ISO 835, класс А.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© ISO, 2018
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



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

Введение

Основным назначением фторидов, применяемых в стоматологии, является профилактика развития кариеса. Фториды — это активные компоненты для защиты от кариеса, присутствующие во многих видах средств гигиены полости рта, таких как зубные пасты, гели, ополаскиватели. Значения концентрации фторидов в них регламентируются другими стандартами, требования которых предусматривают определение содержания фторидов в подобной продукции. Что касается настоящего стандарта, он устанавливает метод, основанный на использовании фторид-селективного электрода при определении общего содержания фторидов в водных растворах проб. Метод раскрывает особенности применения ион-селективных электродов для определения фторидов и исходит из того, что способ подготовки указанных проб, включая минерализацию, дистилляцию и т. д., ранее уже был изложен в соответствующих стандартах на конкретные виды продукции.

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

СРЕДСТВА ГИГИЕНЫ ПОЛОСТИ РТА

Определение концентрации фторидов в водных растворах с использованием фторид-селективного электрода

Products perfumery and cosmetic. Oral hygiene products.
Determination of fluoride concentration in aqueous solutions using a fluoride-selective electrode

Дата введения — 2025—01—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения количественного содержания фторидов (далее — фторид-ионы) в средствах гигиены полости рта, в том числе пастах, гелях, ополаскивателях, и иной фторсодержащей продукции. Методы основаны на применении технологии ион-селективных электродов для анализа содержания фторид-ионов в водных растворах пробы, получаемых из средств гигиены полости рта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 78-2, Chemistry — Layouts for standards — Part 2: Methods of chemical analysis (Химия. Структура стандартов. Часть 2. Методы химического анализа)

ISO 835, Laboratory glassware — Graduated pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки мерные градуированные)

ISO 1942, Dentistry — Vocabulary (Стоматология. Словарь)

ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины с соответствующими определениями, приведенные в ISO 78-2 и ISO 1942.

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- IEC Electropedia, доступная по адресу: gost.e-ecolog.ru ;
- платформа интернет-поиска ISO, доступная по адресу: gost.e-ecolog.ru .

Издание официальное

4 Сущность метода

Методы испытаний настоящего стандарта распространяются на определение количественного содержания фторид-ионов в водных растворах, приготовленных из средств гигиены полости рта. Методы испытаний, изложенные далее, предполагают использование фторид-селективных электродов (ФСЭ).

Чувствительный элемент ФСЭ состоит из одиночного кристалла фторида лантана LaF3, легированного европием (II). Когда чувствительный элемент контактирует с раствором, содержащим фторид-ионы, на чувствительном элементе электрода возрастает электрический потенциал. Значение этого потенциала, зависящее от активности свободных фторид-ионов в растворе {F}, измеряется и сопоставляется с постоянным значением потенциала электрода сравнения при помощи цифрового pH/мВ-метра или ИСЭ-потенциометра (для определения концентрации ионов). Полученная величина потенциала E пропорциональна логарифму активности фторид-ионов {$\overline{F}$} в анализируемом растворе, что следует из уравнения Нернста:

$$E = E_0 + S \cdot \log \{F^-\}, \quad (1)$$

где E — измеренный потенциал электрода;

E_0 — опорный потенциал (константа);

$\{F^-\}$ — уровень активности фторид-ионов в растворе;

S — угол наклона электродной функции (58,2 мВ на каждое десятикратное увеличение $\{F^-\}$ при 20 °C).

Значение уровня активности фторид-ионов {F} отражает активность «эффективной концентрации» свободных фторид-ионов в растворе. Соотношение между активностью фторид-ионов и концентрацией свободных фторид-ионов задается коэффициентом активности y. Величина коэффициента активности определяется ионной силой раствора. При выполнении измерений постоянное значение ионной силы в пробах и стандартных растворах поддерживают за счет применения так называемого буферного раствора, регулирующего общую ионную силу (total ionic strength adjusting buffer solution — TISAB), который образует при этом хелатный комплекс с катионами, связывающими фтор, и обеспечивает оптимальный уровень pH для достижения максимальной чувствительности фторид-селективного электрода. В случае использования TISAB для регулирования ионной силы раствора измеряемое значение электрического потенциала является пропорциональным концентрации фторид-ионов в этом растворе. TISAB может быть представлен в различных вариантах. Какой из них лучше использовать, зависит от применяемого способа подготовки пробы. Необходимо иметь в виду, что на результаты измерений могут оказывать влияние и другие мешающие воздействия, своевременное выявление которых зависит от правильной их идентификации и от условий подготовки проб.

Градуировочную кривую строят на основе зависимости между измеренным значением потенциала и логарифмом концентрации фторид-ионов стандартных растворов известного состава. Затем выполняют измерения потенциала для пробы неизвестного состава и определяют значение концентрации F в этой пробе на основе имеющейся градуировочной кривой.

Проба должна быть предварительно подготовлена с соблюдением указаний для соответствующего вида проб таким образом, чтобы конечная проба представляла собой водный раствор объемом не менее 1 $см^3$. Пробы с содержанием F свыше 0,01 моль/$дм^3$ (190 мг/$дм^3$ F) подлежат разбавлению деионизированной водой до концентрации, составляющей менее 0,01 моль/$дм^3$.

5 Реактивы и материалы

5.1 Реактивы, необходимые для приготовления буферного раствора, регулирующего общую ионную силу (TISAB)

5.1.1 **Циклогексилендинитрилтетрауксусная кислота (CDTA) или 1,2-диаминоциклогексан-N,N,N′,N′-тетрауксусная кислота.**

5.1.2 **Уксусная кислота (CH_3COOH)**, ч. д. а.

5.1.3 **Натрия хлорид (NaCl)**, соль.

5.1.4 **Натрия гидроксид (NaOH)**, 5 моль/$дм^3$.

5.1.5 **Деионизированная вода** согласно ISO 3696, второй степени чистоты.

5.2 Реактивы для приготовления стандартных растворов фторида натрия

5.2.1 **Фторид натрия (NaF)**, предварительно высушенный в течение не менее 4 ч при температуре 150 °С.

5.2.2 **Деионизированная вода** согласно ISO 3696, второй степени чистоты.

6 Оборудование

6.1 **Весы аналитические** с точностью взвешивания до 0,0001 г.

6.2 **Магнитный якорь.**

6.3 **Магнитная мешалка.**

6.4 **Пипетки** номинальной вместимостью 5,0 $см^3$ с наименьшей ценой деления шкалы 0,05 $см^3$; номинальной вместимостью 1,0 $см^3$ с наименьшей ценой деления шкалы 0,01 $см^3$ и номинальной вместимостью 0,1 $см^3$ с наименьшей ценой деления шкалы 0,01 $см^3$, в соответствии с ISO 835, класс А.

6.5 **Фторид-селективный электрод (ФСЭ) с отдельным электродом сравнения** или комбинированная пара: ФСЭ/электрод сравнения.

6.6 **Пластиковые флаконы (или мензурки, или небольшие контейнеры)** вместимостью 20 $см^3$ или более.

Примечание — Фториды не вступают в реакцию с пластмассой, однако вступают в реакцию со стеклом.

6.7 **pH/мВ-электрометр (pH-метр)**, чувствительность ±0,1 мВ.

7 Приготовление растворов

7.1 Раствор TISAB

7.1.1 В стакане вместимостью 1 $дм^3$, содержащем приблизительно 500 $см^3$ деионизированной воды, растворяют 57 $см^3$ CH_3COOH, 58 г NaCl и 4 г CDTA либо 1,2-диаминоциклогексан-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты.

7.1.2 Охлаждают раствор до комнатной температуры и доводят pH до 5,0—5,5 с помощью раствора NaOH концентрацией 5 моль/$дм^3$.

7.1.3 Охлаждают раствор до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят до метки деионизированной водой.

Примечание — Приготовление раствора TISAB описано в ASTM D1179—16 [1] (пункт 18.1).

TISAB представляет собой буферную систему, необходимую для подготовки пробы к анализу с использованием ФСЭ. Метод с использованием ФСЭ обладает некоторыми особенностями, ограничивающими возможность его применения. Он является чувствительным только к ионам фтора, содержащимся в растворе, и не позволяет обнаруживать его комплексные соединения, например фторид кальция. Многовалентные катионы, такие как кальций, магний, железо, алюминий и т. п., в растворах способны образовывать комплексы с фторид-ионами, что снижает их концентрацию. Кроме того, ФСЭ чувствителен к колебаниям уровня pH и ионной силы проб. Для получения достоверных результатов анализа значения pH и ионная сила растворов исследуемой пробы и стандартных растворов должны быть одинаковы. Комплексные соединения фтора при этом следует разрушить таким образом, чтобы фтор, присутствующий в пробе и стандартном растворе, находился в них исключительно в виде ионов. Обойти указанные ограничения помогает использование TISAB, который регулирует значение pH раствора пробы и его ионную силу, а кроме того, содержит комплексообразователи для связывания катионов, которые в противном случае могли бы образовать комплексы с фторид-ионами.

TISAB II® (Orion Research) доступен для заказа в компании Thermo Fisher Scientific, Беверли, MA 01915, США*.

7.2 Холостой раствор TISAB

Для получения холостого раствора смешивают равные объемы TISAB и деионизированной воды.

* Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не означает одобрения ISO указанного продукта. Допускается использовать эквивалентные продукты, если можно доказать, что они приводят к одинаковым результатам.

7.3 Стандартные растворы фторид-ионов

7.3.1 Стандартный раствор NaF с концентрацией 1×10^{-2} моль/дм^3: растворяют 209,9 мг точно взвешенного NaF в 200 см^3 деионизированной воды, затем количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и объем раствора доводят до метки деионизированной водой.

7.3.2 Стандартный раствор NaF с концентрацией 1×10^{-3} моль/дм^3: пипеткой помещают 25,0 см^3 стандартного раствора NaF концентрацией 10^{-2} моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Объем раствора доводят до метки деионизированной водой.

7.3.3 Стандартный раствор NaF концентрацией 1×10^{-4} моль/дм^3: пипеткой помещают 25,0 см^3 раствора концентрацией 10^{-3} моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Объем раствора доводят до метки деионизированной водой.

7.3.4 Стандартный раствор NaF концентрацией 1×10^{-5} моль/дм^3: пипеткой помещают 25,0 см^3 раствора концентрацией 10^{-4} моль/дм^3 в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Объем раствора доводят до метки деионизированной водой.

7.4 Градуировочная кривая

7.4.1 Пипеткой помещают по 5,0 см^3 каждого стандартного раствора в пластиковые флаконы (или мензурки, или небольшие контейнеры).

7.4.2 Добавляют по 5,0 см^3 буферного раствора TISAB в каждый пластиковый флакон.

7.4.3 Помещают внутрь магнитный якорь и тщательно перемешивают с помощью магнитной мешалки.

7.4.4 Помещают в стандартный раствор ФСЭ и электрод(ы) сравнения (см. 6.5), перемешивая раствор с умеренной интенсивностью.

7.4.5 Записывают с точностью до 0,1 мВ показания мВ-электрометра (см. 6.7) при устойчивом значении разности потенциалов.

Считается, что показания, получаемые с использованием ФСЭ, стабилизировались, если дрейф измеренного значения в милливольтах составляет менее ±0,5 мВ/мин. Времени для достижения стабильного отклика милливольтового измерительного прибора, как правило, требуется тем больше, чем выше разбавление проб. Не является критичной ситуация, когда для раствора концентрацией 1×10^{-5} моль/дм^3 стабилизация наступает только через 2 мин; тем не менее стабильный отклик в любом случае должен достигаться не более чем за 5 мин.

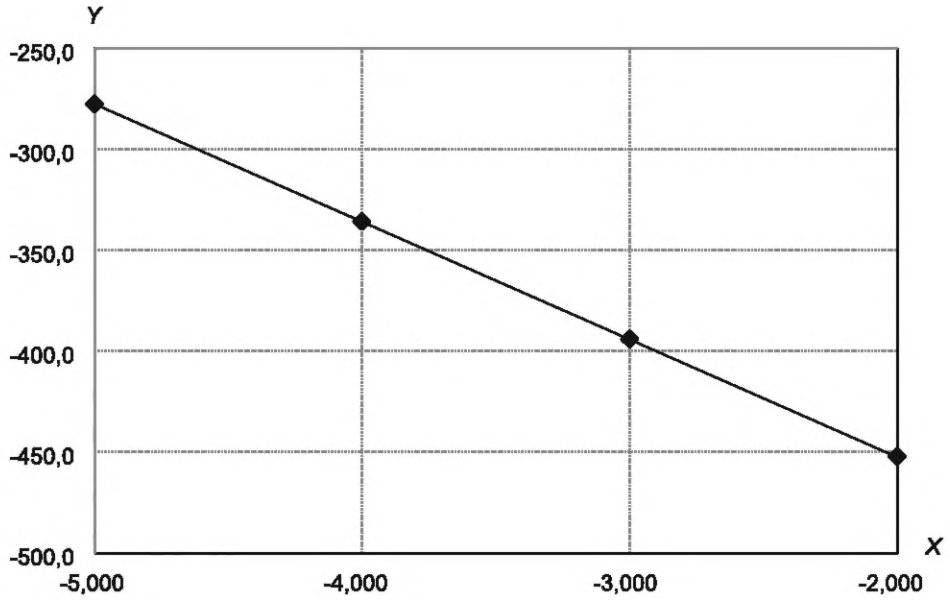
Примечание — При последовательном определении отклика мВ-электрометра в стандартных растворах измерения начинают с раствора, имеющего наибольшее разбавление, и заканчивают самым концентрированным раствором. Такой подход позволяет избежать загрязнения сильно разбавленных стандартных растворов содержимым более концентрированных стандартных растворов и сокращает время, необходимое для получения стабильных значений показаний.

7.4.6 Извлекают электрод(ы) из раствора, ополаскивают, вытирают насухо и снова помещают в тот же самый раствор.

7.4.7 Выполняют не менее двух измерений при помощи мВ-электрометра до тех пор, пока разность двух последовательных показаний не составит менее 0,2 мВ.

7.4.8 Повторяют шаги с 7.4.1 по 7.4.7 для всех остальных стандартных растворов.

7.4.9 Строят градуировочную кривую, отражающую зависимость между измеренным значением электродного потенциала (мВ) и $\log_{10}$ концентрации фторид-ионов в стандартном растворе. См. рисунок 1, где градуировочная кривая представляет собой прямую линию с квадратом коэффициента корреляции r^2 0,99990, углом наклона минус 58,2 мВ/log концентрации [F] и точкой пересечения с координатной осью минус 569,1 мВ.



X — log[F] моль/дм^3

Y — потенциал, мВ

Рисунок 1 — Кривая градуировки фторид-селективного электрода

Градуировочная кривая должна носить линейный характер, квадрат коэффициента корреляции r^2 должен составлять более 0,95, а угол наклона должен находиться в интервале между минус 56 и минус 60 мВ из расчета на десятикратное расхождение концентрации фторид-ионов.

8 Описание методов

8.1 Метод прямого анализа

8.1.1 Разбавляют каждый раствор пробы равным объемом TISAB (50:50) в отдельном пластиковом флаконе (или мензурке, или небольшом контейнере) и тщательно перемешивают.

8.1.2 Помещают ФСЭ и электрод(ы) сравнения в пластиковый флакон, содержащий раствор пробы, и перемешивают раствор.

8.1.3 Записывают с точностью до 0,1 мВ показания мВ-электрометра при устойчивом значении разности потенциалов.

8.1.4 Извлекают электрод(ы) из раствора пробы, ополаскивают деионизированной водой и осторожно вытирают насухо.

8.1.5 Выполняют не менее двух измерений при помощи мВ-электрометра до тех пор, пока разность двух последовательных показаний не составит менее 0,2 мВ.

8.1.6 Повторяют шаги 8.1.1—8.1.5 для всех остальных растворов пробы.

8.1.7 Если наблюдаемое значение концентрации фторид-ионов превышает 1×10^{-2} моль/дм^3, разбавляют пробу холостым раствором TISAB в отношении 1:100 и повторяют анализ пробы.

8.2 Метод стандартных добавок

Данный метод пригоден для исследования таких проб, которые могут связывать фторид-ионы, а также может быть использован в тех случаях, когда проба неизвестного состава загрязнена посторонними веществами, присутствие которых сказывается на результатах анализа.

8.2.1 Подготавливают серию растворов со стандартными добавками на основе четырех растворов проб одинакового известного объема (4,0 см^3) в отдельных пластиковых флаконах (или мензурках, или небольших контейнерах).

8.2.2 К одной из проб добавляют 1,0 см^3 деионизированной воды.

8.2.3 В оставшиеся растворы проб добавляют по 1,0 $см^3$ стандартного раствора NaF различной концентрации, а именно $1×10^{-3}$, $5×10^{-3}$ или $1×10^{-2}$ моль/$дм^3$ соответственно.

8.2.4 Разбавляют каждый раствор 5,0 $см^3$ TISAB (50:50) и тщательно перемешивают.

8.2.5 Помещают ФСЭ/электрод(ы) сравнения в пластиковый флакон с первым раствором пробы и перемешивают раствор.

8.2.6 Записывают с точностью до 0,1 мВ показания мВ-электрометра при устойчивом значении разности потенциалов.

8.2.7 Извлекают электрод(ы) из раствора пробы, ополаскивают деионизированной водой и осторожно вытирают насухо.

8.2.8 Выполняют не менее двух измерений при помощи мВ-электрометра до тех пор, пока разность двух последовательных показаний не составит менее 0,2 мВ.

8.2.9 Если наблюдаемое значение концентрации фторид-ионов в первом растворе пробы из серии со стандартными добавками превышает $1×10^{-2}$ моль/$дм^3$, разбавляют пробу холостым раствором TISAB в отношении 1:100 и возвращаются к шагу 8.2.1.

8.2.10 Извлекают ФСЭ/электрод(ы) сравнения из раствора пробы, ополаскивают деионизированной водой и осторожно вытирают насухо.

8.2.11 Помещают ФСЭ/электрод(ы) сравнения во флакон, содержащий второй раствор пробы, в серии.

8.2.12 Записывают с точностью до 0,1 мВ показания мВ-электрометра при устойчивом значении разности потенциалов.

8.2.13 Извлекают электрод(ы) из раствора пробы, ополаскивают деионизированной водой и осторожно вытирают насухо.

8.2.14 Выполняют не менее двух измерений при помощи мВ-электрометра до тех пор, пока разность двух последовательных показаний не составит менее 0,2 мВ.

8.2.15 Повторяют шаги 8.2.11—8.2.14 для третьего и четвертого раствора пробы в составе серии.

8.3 Метод разбавления

Данный метод пригоден для исследования проб небольшого объема.

8.3.1 Помещают 4,95 $см^3$ холостого раствора TISAB в пластиковый флакон с магнитным якорем.

8.3.2 Записывают с точностью до 1 мВ показания мВ-электрометра для холостого раствора TISAB при устойчивом значении разности потенциалов.

8.3.3 Добавляют к 4,95 $см^3$ холостого раствора 50 $мм^3$ (0,05 $см^3$) пробы, перемешивают раствор.

8.3.4 Определяют и записывают установившееся значение потенциала с точностью до 0,1 мВ.

8.3.5 Повторяют шаги 8.3.1—8.3.4 для всех остальных растворов пробы.

8.4 Метод множественных добавок пробы

Данный метод пригоден для исследования проб со сложной матрицей, если доступно лишь ограниченное количество проб или пробы имеют высокую концентрацию.

8.4.1 Помещают 4,95 $см^3$ холостого раствора TISAB в пластиковый флакон с магнитным якорем.

8.4.2 Записывают с точностью до 0,1 мВ показания мВ-электрометра для холостого раствора TISAB при устойчивом значении разности потенциалов.

8.4.3 Не извлекая ФСЭ/электрод(ы) сравнения из жидкости, добавляют к 4,95 $см^3$ холостого раствора 50 $мм^3$ пробы, перемешивают раствор.

8.4.4 Определяют и записывают установившееся значение потенциала с точностью до 0,1 мВ.

8.4.5 Добавляют к раствору следующие 50 $мм^3$ пробы, перемешивают раствор.

8.4.6 Определяют и записывают установившееся значение потенциала с точностью до 0,1 мВ.

8.4.7 Повторяют шаги 8.4.5—8.4.6 еще дважды.

8.5 Метод внутренних стандартов

Данный метод пригоден для исследования проб со сложной матрицей.

8.5.1 Готовят серию растворов внутренних стандартов, выполняя для них те же шаги, что и для растворов проб. Определяют значение электродного потенциала внутренних стандартов и проб в соответствии с шагами, описанными в 8.1.

9 Технические замечания по методам анализа

9.1 Каждый раз перед следующим измерением электрод(ы) очищают и тщательно вытирают насухо.

9.2 Хранение электрода(ов) осуществляют в соответствии с рекомендациями изготовителя.

9.3 Измерения выполняют при стабильном значении температуры.

9.4 Пробы и стандартные растворы должны иметь одинаковую температуру.

10 Обработка результатов

10.1 Метод прямого анализа

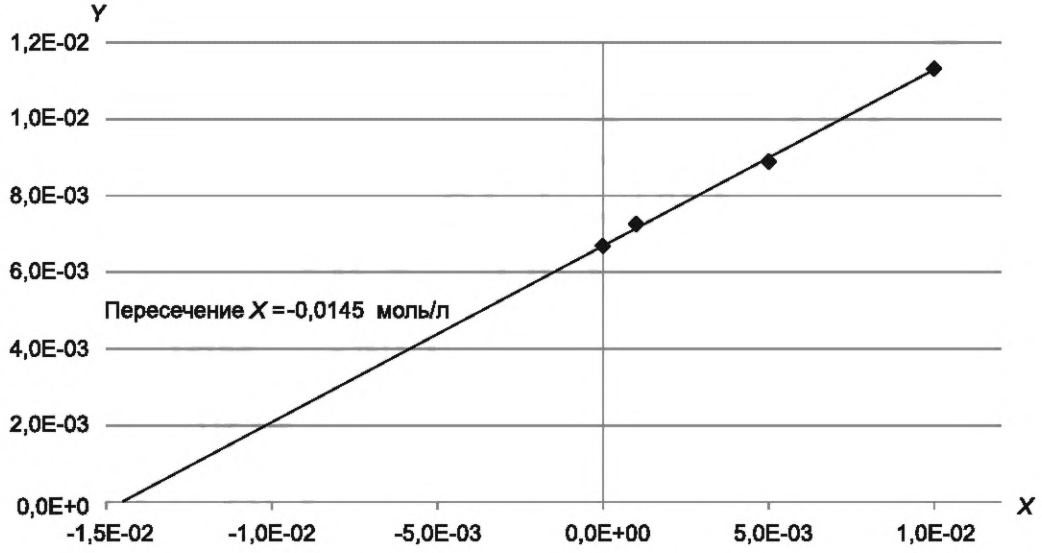
10.1.1 Используя градуировочную кривую, построенную для стандартных растворов (см. 7.4), определяют значение концентрации фторид-ионов [F_{dil}], моль/дм^3, в анализируемом растворе пробы.

10.2 Метод стандартных добавок

10.2.1 Используя градуировочную кривую, построенную для стандартных растворов (см. 7.4), определяют значение концентрации фторид-ионов в моль/дм^3 для раствора пробы в серии растворов со стандартными добавками.

10.2.2 Строят график зависимости добавленной концентрации фторид-иона (моль/дм^3) для каждой пробы относительно концентрации фторид-ионов в соответствующих пробах. График должен носить линейный характер, квадрат коэффициента корреляции r^2 должен составлять более 0,95. Точка пересечения линии линейной регрессии с осью X для этого графика указывает концентрацию фторид-ионов в пробе неизвестного состава в моль/дм^3. В альтернативном случае концентрация фторид- ионов в пробе неизвестного состава может быть рассчитана на основе линейной регрессии путем деления значения в точке пересечения с осью Y на значение угла наклона. См. рисунок 2. Абсолютное значение для точки пересечения с осью X соответствует значению концентрации фторид-ионов в пробе. В показанном примере градуировочная кривая для стандартных добавок носит линейный характер в соответствии с уравнением y = 0,4671x – 0,0068 и квадратом коэффициента корреляции r^2, составляющим 0,9983. Значение концентрации фторид-ионов в суспензии = 0,0145 моль/дм^3 (276,3 мкг/дм^3), а поскольку коэффициент разбавления для получения суспензии равнялся 4, то значение концентрации фторид-ионов в зубной пасте, содержащей NaF, составляет: 4 x значение концентрации в суспензии = = 0,0582 моль/дм^3 (1105 мкг/дм^3).

Примечание — Суспензия зубной пасты с NaF, не подвергавшейся гидролизу или обработке в центрифуге, приготовлена из одной части пасты и трех частей деионизированной воды. Значение концентрации фторидов в суспензии равно 0,0145 моль/дм^3 (276,3 мкг/дм^3), а поскольку коэффициент разбавления для получения суспензии равнялся 4, то значение концентрации фторид-ионов в зубной пасте, содержащей NaF, составляет: 4 × значение концентрации в суспензии = 0,0582 моль/дм^3 (1105 мкг/дм^3).



X — добавленная концентрация F, моль/дм^3;
Y — измеренная концентрация F, моль/дм^3

Рисунок 2 — Анализ концентрации фторид-ионов методом стандартных добавок

10.3 Метод разбавления

Используя градуировочную кривую, построенную для стандартных растворов (см. 7.4), определяют значение концентрации фторид-иона [F_{dil}], моль/дм^3, в разбавленном растворе пробы. Для вычисления значения концентрации фторид-иона в пробе в моль/дм^3 это значение умножают на коэффициент разбавления, равный 100.

10.4 Метод множественных добавок пробы

Используя градуировочную кривую, построенную для стандартных растворов (см. 7.4), определяют значение концентрации фторид-ионов в моль/дм^3 в серии растворов пробы для каждого отдельного раствора. Строят график зависимости расчетного значения концентрации фторид-ионов в серии растворов пробы относительно количества добавок при каждом добавлении. Вычисляют угол наклона кривой при помощи линейной регрессии. Концентрация пробы, добавленной в раствор, соответствует наклону кривой регрессии.

10.5 Метод внутренних стандартов

10.5.1 Строят градуировочную кривую, отражающую зависимость измеренного значения электродного потенциала (мВ) и $\log_{10}$ концентрации фторид-ионов в растворе внутреннего стандарта.

10.5.2 Концентрация пробы может быть определена непосредственно по стандартной кривой, построенной для этих внутренних стандартов.

11 Протокол испытаний

Указывают среднее значение, стандартное отклонение и количество определений для каждой пробы в моль/дм^3 (мкг/г), а также дату проведения анализов.

12 Устранение неполадок оборудования

См. таблицу 1.

Таблица 1 — Устранение неполадок оборудования

Признаки	Возможные причины	Возможные решения
Показания милливольтового измерительного прибора нестабильны	a) Отсутствует надежное подключение электрода(ов) к электрометру. b) Электрод(ы) функционирует неправильно. c) Нестабильный уровень температуры в процессе анализа	a) Следует проверить электрические соединения. b) Необходимо заменить электрод сравнения либо очистить его, поместив на 30 с в раствор HCl концентрацией 1 моль/дм^3, и опробовать снова; если не достигается стабильность показаний, следует осторожно очистить или заменить ФСЭ. c) Необходимо обеспечить стабильные температурные условия для проведения анализа: ±5 °C
Показания милливольтового измерительного прибора при измерениях параллельных проб не совпадают (дрейф)	a) Пробы и стандартные растворы измеряются при неодинаковых значениях температуры. b) Утечка в ФСЭ в области чувствительного кристалла	a) Следует привести стандартные растворы и пробы к тепловому равновесию при одном и том же значении температуры. b) Заменить ФСЭ
Стандартная кривая нелинейна ($r^2 < 0,95$)	a) Электрометр функционирует не в милливольтовом режиме. b) Некоторые стандартные растворы загрязнены. c) При построении градуировочной кривой не использовалось отношение логарифма концентрации фторид-ионов к измеренному значению в мВ	a) Необходимо проверить выбранный режим электрометра. b) Приготовить новые стандартные растворы. c) Использовать отношение $\log_{10}$ [F] к значению в мВ при построении градуировочной кривой
Угол наклона градуировочной кривой выходит за пределы интервала от минус 56 до минус 60 мВ/на десятикратное расхождение концентрации	a) Электрод (ы) функционирует неправильно. b) Перекрестное загрязнение стандартных растворов при переносе электрода(ов)	a) Следует проверить электрод(ы) на отсутствие повреждений, при необходимости заменить. b) Приготовить новые стандартные растворы
График при анализе по методу стандартных добавок нелинеен	a) Матрица пробы связывает содержащиеся в ней фторид-ионы	a) Использовать десятикратное разбавление пробы

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 78-2	—	*
ISO 835	—	*
ISO 1942	—	*
ISO 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»**

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

** Не действует в Российской Федерации.

Библиография

[1] ASTM D1179—16 Standard test methods for fluoride ion in water
(Стандартные методы испытаний для определения фторид-ионов в воде)

УДК 665.583.2:549.462.06(083.74)(476) МКС 97.170; 71.100.70 IDT

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, средства гигиены полости рта, определение концентрации фторидов в водных растворах с использованием фторид-селективного электрода

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 29.01.2024. Подписано в печать 13.02.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru