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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33022—
2014**

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Определение массовой доли ртути методом беспламенной атомной абсорбции

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие стандарта 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. № 787-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33022—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 . . . 3
8.1 Отбор проб . . . 3
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 . . . 5
8.7 Приготовление промежуточных и градуировочных растворов ртути . . . 5
8.8 Кондиционирование растворов . . . 6
8.9 Подготовка спектрометра к работе и выбор условий измерений . . . 6
9 Порядок проведения измерений . . . 6
9.1 Градуировка . . . 6
9.2 Проведение измерений растворов проб и контрольных растворов . . . 7
10 Обработка результатов измерений . . . 7
10.1 Расчет коэффициента разбавления . . . 7
10.2 Расчет массовой доли элемента в пробе . . . 8
10.3 Окончательный результат измерений . . . 8
11 Обработка результатов . . . 8
11.1 Форма представления результата измерения с использованием погрешности . . . 8
11.2 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли ртути с использованием предела измерений . . . 8
11.3 Форма представления результатов в виде односторонней оценки массовой доли ртути с использованием верхней границы диапазона измерений . . . 9
12 Метрологические характеристики . . . 9
13 Контроль точности результатов измерений . . . 9
13.1 Оперативный контроль точности результатов измерений, производимый в ходе градуировки и измерений растворов проб . . . 9
13.2 Оперативный контроль приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости . . . 9
13.3 Контроль результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости . . . 9
13.4 Контроль точности . . . 10
13.5 Контроль стабильности результатов измерений . . . 10
Приложение А (обязательное) Условия проведения минерализации . . . 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ

Определение массовой доли ртути методом беспламенной атомной абсорбции

Perfume and cosmetic products.
Determination of mass fraction of mercury by flameless atomic absorption method

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод беспламенной атомной абсорбции для определения массовой доли ртути в парфюмерно-косметической продукции.

Диапазон измерений массовой доли ртути составляет от 0,05 до 10,00 млн$^{-1}$ (мг/кг). Предел измерения массовой доли ртути составляет 0,05 млн$^{-1}$ (мг/кг).

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 12.2.003—91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 4146—74 Реактивы. Калий надсернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87** Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

---

* 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».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

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

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29188.0—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Правила приемки, отбор проб, методы органолептических испытаний

ГОСТ 29228—91 (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 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 выпускам 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 применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **диапазон градуировки**: Интервал массовых концентраций ртути в растворе, в котором допускается проводить измерения в соответствии с настоящим стандартом.

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

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

4 Сущность метода

Для измерения массовой доли ртути используется метод, основанный на минерализации образца в среде азотной и серной кислот, при которой происходит переход ртути в раствор в виде ртути (II).

В процессе измерения ионы ртути восстанавливаются до металлической ртути под действием хлорида олова (II), пары ртути переносятся с потоком инертного газа в кварцевую ячейку, где происходит измерение абсорбции атомного пара.

5 Требования безопасности и требования к квалификации операторов

5.1 Требования безопасности

При проведении работ по определению ртути 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 по выполнению измерений 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;
- относительная влажность воздуха ..... не более 80 %;
- температура при приготовлении растворов ..... (20 ± 2) °С.

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 253,7 нм, укомплектованный модулем генерации «холодного пара», кварцевой ячейкой (атомизатором), источником резонансного излучения ртути и имеющий программное обеспечение, позволяющее рассчитывать массовую концентрацию определяемого элемента по предварительно построенному градуировочному графику.

Баня водяная лабораторная.

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.

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

Электроплитка лабораторная.

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

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

Колбы Кн-1-750-34/35, Кн-1-500-29/32 ТС, Кн-1-1000-45/40 по ГОСТ 25336.

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

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

Ступки фарфоровые с пестиками по ГОСТ 9147.

Фильтры обеззоленные диаметром 15 см (синяя лента).

Цилиндры 1-10-2, 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2, 1-250-2 по ГОСТ 1770.

Аргон газообразный в баллонах по ГОСТ 10157, высший сорт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий надсернокислый по ГОСТ 4146, ч. д. а.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 14262, ос. ч., плотностью около 1,83 $г/см^3$.

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

Олово двухлористое 2-водное с массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, первый сорт.

Стандартный образец состава водного раствора ионов ртути с массовой концентрацией 1,00 $мг/см^3$ 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

Лабораторную посуду после обычной мойки в растворе моющего средства промывают водопроводной водой. Затем посуду ополаскивают раствором азотной кислоты (х. ч.) с объемным соотношением кислота : вода, равным 1 : 1, для сильнозагрязненной посуды используют смесь азотной (х. ч.) и серной кислоты с объемным соотношением кислот HNO_3 : H_2SO_4, равным 1 : 1, промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой два раза и высушивают.

8.3 Приготовление растворов

8.3.1 Раствор с массовой долей 5 % азотной и 5 % соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 100—200 $см^3$ дистиллированной воды, затем добавляют отмеренные цилиндром 25 $см^3$ азотной кислоты ос. ч. После перемешивания раствора добавляют 58 $см^3$ соляной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой. При использовании кислот плотностью, отличной от указанной в разделе 7, их объем необходимо пересчитывать.

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

В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ цилиндром вносят 100 $см^3$ дистиллированной воды и прибавляют 100 $см^3$ азотной кислоты х. ч.

8.3.3 Смесь азотной х. ч. и серной кислоты с объемным соотношением кислот HNO_3 : H_2SO_4, равным 1 : 1

В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ цилиндром вносят 100 $см^3$ азотной кислоты х. ч. и медленно при помешивании прибавляют 100 $см^3$ серной кислоты.

8.3.4 Раствор калия надсернокислого с массовой концентрацией 45 г/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 4,5 г надсернокислого калия (результат взвешивания фиксируют до первого десятичного знака), приливают 50—70 $см^3$ дистиллированной воды, после перемешивания добавляют 10 $см^3$ серной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой.

8.3.5 Фоновый раствор

В коническую колбу вместимостью 1000 $см^3$ последовательно вносят 50 $см^3$ дистиллированной воды, 50 $см^3$ раствора надсернокислого калия с массовой концентрацией 45 г/$дм^3$, 5 $см^3$ этилового спирта, 50 $см^3$ азотной кислоты ос. ч. и закрывают воронкой диаметром 56 мм. После добавления реагентов колбу выдерживают при температуре от 15 до 25 °С в течение 30 мин., затем порциями по 5 $см^3$ при помешивании вносят цилиндром 50 $см^3$ серной кислоты, не допуская бурного протекания реакции. В случае сильного разогрева реакционной смеси колбу необходимо опустить в холодную воду. Затем колбу оставляют в вытяжном шкафу при комнатной температуре на 15—20 мин., после чего ставят на водяную баню при температуре от 15 до 25 °С. Баню доводят до кипения и выдерживают раствор на кипящей водяной бане до тех пор, пока жидкость не станет однородного светло-желтого или зеленовато-желтого цвета, но не менее 1,5 ч. После чего добавляют 150 $см^3$ кипящей дистиллированной воды и выдерживают на кипящей водяной бане еще 15—20 мин. Колбу охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.3.6 Раствор хлорида олова в соляной кислоте с массовой долей 25 %

В стакан вместимостью 150 $см^3$ помещают навеску олова двухлористого 2-водного массой 29,7 г (результат взвешивания фиксируют до первого десятичного знака), добавляют 50 $см^3$ соляной кислоты, нагревают смесь при помешивании на электроплитке до полного растворения навески. После того как раствор станет прозрачным, его охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, переносят в колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в герметично закрытой посуде минимальной вместимости при температуре от 15 до 25 °С не более 14 сут.

8.4 Подготовка проб к измерениям

Для проведения измерений используют объединенную пробу согласно 8.1.

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

Перед взятием навески объединенную пробу тщательно перемешивают.

Навеску массой 2,00 г (результат взвешивания фиксируют до второго десятичного знака) берут из подготовленной к проведению измерений объединенной пробы и помещают в коническую колбу

вместимостью 500 или 750 $см^3$. Проводят два параллельных определения, отбирая от объединенной пробы по две навески.

В контрольную колбу вместо навески добавляют пипеткой 2 $см^3$ дистиллированной воды.

8.5 Минерализация и приготовление раствора пробы и контрольного раствора

8.5.1 Приготовление раствора пробы

В колбу с навеской последовательно вносят воду, раствор надсернокислого калия и этиловый спирт в соответствии с таблицей А.1 (приложение А) и, помешивая колбу, равномерно распределяют пробу по дну колбы. Колбу закрывают воронкой диаметром 36 мм и, помешивая содержимое, наливают азотную кислоту ос. ч. цилиндром вместимостью 10 $см^3$. Выдерживают колбу при температуре от 15 до 25 °С не менее 45 мин. Затем цилиндром вместимостью 10 $см^3$ медленно при помешивании вносят серную кислоту. В случае слишком интенсивного выделения окислов азота внесение серной кислоты прекращают и охлаждают колбу, помещая ее в холодную воду. После замедления протекания реакции вносят остальной объем серной кислоты. Объемы добавляемых азотной и серной кислот приведены в таблице А.1 (приложение А).

Колбу оставляют в вытяжном шкафу на 20 мин. до видимого прекращения реакции с выделением бурых окислов азота. Затем колбу ставят на водяную баню при температуре от 15 до 25 °С и за время не менее 30 мин. доводят баню до кипения. Выдерживают колбу на кипящей водяной бане до тех пор, пока не прекратится выделение окислов азота и раствор минерализата не станет однородного светло-желтого или зеленовато-желтого цвета, но не менее 1,5 ч. Далее в колбу добавляют 30 $см^3$ кипящей дистиллированной воды и выдерживают на кипящей водяной бане еще 20 мин.

Горячий минерализат фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ через фильтр, увлажненный горячей водой. Колбу из-под минерализата и фильтр несколько раз промывают кипящей дистиллированной водой, собирая промывные воды в мерную колбу. Раствор в колбе охлаждают до температуры (20 ± 2) °С и доводят объем раствора пробы до 100 $см^3$ дистиллированной водой. Перед измерением раствор тщательно перемешивают.

8.5.2 Приготовление контрольного раствора

Одновременно с пробой контрольная проба проходит все стадии подготовки по 8.5.1.

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 фоновым раствором, приготовленным по 8.3.5, и перемешивают. Объем аликвоты и вместимость мерной колбы подбирают в зависимости от требуемого коэффициента разбавления, рассчитываемого по формуле (3).

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

8.7 Приготовление промежуточных и градуировочных растворов ртути

8.7.1 Приготовление промежуточных растворов ртути

8.7.1.1 Приготовление промежуточного раствора ртути с массовой концентрацией 20 $мг/дм^3$ ртути

Отбирают пипеткой 2 $см^3$ раствора стандартного образца с массовой концентрацией ртути 1,00 $мг/см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором по 8.3.1. Приготовленный раствор хранят в темноте при температуре не выше 25 °С не более 3 мес.

8.7.1.2 Приготовление промежуточного раствора ртути с массовой концентрацией 1 $мг/дм^3$ ртути.

Отбирают пипеткой 5 $см^3$ раствора с массовой концентрацией ртути 20 $мг/дм^3$, приготовленного по 8.7.1.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки раствором по 8.3.1. Приготовленный раствор хранят в темноте при температуре не выше 25 °С не более 1 мес.

8.7.2 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовления градуировочных растворов с массовой концентрацией ртути 5, 10, 20 $мкг/дм^3$ в три мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят пипеткой соответственно 0,5; 1; 2 $см^3$ промежуточного раствора ртути с массовой концентрацией 1 $мг/дм^3$ по 8.7.1.2 и доводят до метки фоновым раствором по 8.3.5.

Затем готовят раствор с массовой концентрацией 1 мкг/дм^3. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 раствора с массовой концентрацией ртути 20 мкг/дм^3 и доводят до метки фоновым раствором, приготовленным по 8.3.5.

Растворы хранят при температуре не выше 25 °С не более 7 сут.

8.7.3 Нулевой градуировочный раствор (бланк)

В качестве нулевого градуировочного раствора (бланка) применяют фоновый раствор по 8.3.5.

8.8 Кондиционирование растворов

Перед проведением измерений доводят температуру всех используемых растворов до температуры, отличающейся от температуры окружающей среды не более чем на 2 °С.

8.9 Подготовка спектрометра к работе и выбор условий измерений

Подготовку прибора к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют по прилагаемой к спектрометру технической документации. 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 атомизатора;
- регулировка насоса, настройка скорости расхода реагентов.

Рекомендуемые параметры аналитического метода:

- длина волны — 253,7 нм;
- ширина щели монохроматора — 0,5 нм;
- фоновая коррекция — отключена.

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

При работе с модулем генерации «холодного пара» в качестве восстановителя используют раствор хлорида олова в соляной кислоте с массовой долей 25 %, приготовленный по 8.3.6, если иное не указано в прилагаемой к спектрометру технической документации. В последнем случае раствор восстановителя готовят в соответствии с прилагаемой к спектрометру технической документацией.

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 массовой концентрации.

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.

9.1.2 Контроль приемлемости градуировки

9.1.2.1 Контроль инструментальной прецизионности

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

$$RSD_{repl} \le 1\ \%. \qquad (1)$$

При невыполнении условия (1) необходимо повторно провести измерение данного раствора. Если при повторном измерении условие (1) не выполняется, то результат контроля инструментальной прецизионности является отрицательным.

9.1.2.2 Контроль достоверности аппроксимации градуировочной функции

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

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

При невыполнении условия (2) 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. 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.

В начале серии проводят контроль нуля градуировки в соответствии с 9.2.2.1, после чего измеряют серию растворов проб и контрольных растворов.

Растворы, результаты измерений которых при проведении контроля инструментальной прецизионности не соответствуют условию (1), 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 проб повторно.

Массовую концентрацию ртути в растворе рассчитывают в случае, если измеренное 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. 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 ртути в нулевом градуировочном растворе (бланке). Если полученная величина не больше 1 % 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 ртути, которая находится в пределах от середины до верхней границы диапазона градуировки. Если полученная величина отклоняется от фактического значения 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:

$$K = \frac{V_p}{V_a}, \quad (3)$$

где V_p — объем разбавленного раствора, см^3;

V_a — 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:

$$X = \frac{(C_x - C_k) \cdot V \cdot R}{m \cdot 1000}, \quad (4)$$

где C_x — массовая концентрация элемента в растворе пробы, мкг/дм^3;
C_k — 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 $C_x - C_k$ оказывается меньше нижней границы диапазона градуировки (минимального значения массовой концентрации ртути в градуировочных растворах), то расчет по формулам (4), (5) 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 среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений при выполнении условия повторяемости по 13.2:

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (5)$$

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

Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

При получении значения больше верхней границы диапазона измерений, равной 10,00 млн$^{-1}$ (мг/кг), дают одностороннюю оценку массовой доли элемента с использованием верхней границы диапазона измерений по 11.3.

11 Обработка результатов

11.1 Форма представления результата измерения с использованием погрешности

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

$$(\bar{X} \pm \Delta),\ \text{мг/кг},$$

где $\bar{X}$ — результат измерений, мг/кг, рассчитанный согласно разделу 10;

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

$$\Delta = \frac{\bar{X} \cdot \delta}{100}, \quad (6)$$

где δ — границы относительной погрешности, %, приведенные в таблице 1.

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

Если величина массовой доли ртути оказывается меньше предела измерения 0,05 млн$^{-1}$ (мг/кг), то дают одностороннюю оценку массовой доли ртути в образце в миллионных долях (млн$^{-1}$) или в миллиграммах на килограмм (мг/кг) в виде менее 0,05.

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

Если значение $\bar{X}$, рассчитанное по формуле (5), оказывается больше верхней границы диапазона измерений 10,00 млн$^{-1}$ (мг/кг), то дают одностороннюю оценку массовой доли ртути в образце в миллионных долях (млн$^{-1}$) или в миллиграммах на килограмм (мг/кг) в виде более 10,00.

12 Метрологические характеристики

Настоящий метод обеспечивает измерение массовой доли ртути в указанном ниже диапазоне с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики

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, %
От 0,05 до 0,20 включ.	15	24	18
Св. 0,20 до 10,00 включ.	10	17	13

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, %:

$$\frac{|X_1 - X_2|}{\bar{X}} \cdot 100 \le r \,. \qquad (7)$$

Относительные значения предела повторяемости r приведены в таблице 1.

13.3 Контроль результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

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

$$\frac{|\bar{X}_1 - \bar{X}_2|}{\bar{\bar{X}}} \le \text{CD}, \qquad (8)$$

где $\bar{X}_1$ и $\bar{X}_2$ — средние значения результатов измерений одного образца, полученные в разных лабораториях, рассчитанные по формуле (5), при соблюдении условия повторяемости по 13.2, мг/кг;

CD — относительное значение критической разности, %, приведенное в таблице 1;

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

$$\overline{\overline{X}} = \frac{\left|\bar{X}_1 + \bar{X}_2\right|}{2}. \quad (9)$$

При невыполнении условия (8) 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 ртути — лабораторного контрольного образца (ЛКО).

В качестве ЛКО может быть использован:

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

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

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

$$\Delta_{ЛКО} = \frac{\bar{X}_{изм} - X_{ат}}{X_{ат}} \cdot 100. \quad (10)$$

Результат проведения контроля точности считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$\Delta_{ЛКО} \le \sqrt{\delta_{ат}^2 + \delta^2}, \quad (11)$$

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

δ — границы относительной погрешности, %, приведенные в таблице 1.

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.

Приложение А
(обязательное)

Условия проведения минерализации

Таблица А.1 — Условия проведения минерализации

Виды продукции	Добавление воды, $см^3$	Добавление раствора надсерно-кислого калия, $см^3$	Добавление этилового спирта, $см^3$	Добавление азотной кислоты ос. ч., $см^3$	Добавление серной кислоты, $см^3$	Примечания
Жидкие парфюмерные изделия с объемной долей спирта свыше 20 %: духи, одеколоны, парфюмерные, туалетные и душистые воды	6,0	10,0	—	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 750 $см^3$
Жидкие парфюмерные изделия с объемной долей спирта до 20 % включительно: лосьоны, лосьоны-тоники, тоники, средства для завивки и укладки волос, дезодоранты (кроме жидкостей в аэрозольной упаковке с пропеллентом, лаков для волос и маникюрных лаков, средств для холодной завивки и красящих средств для волос и губ)	—	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$
Средства гигиены полости рта: - жидкие эликсиры, полоскания, ополаскиватели, освежители, бальзамы - зубные порошки - зубные пасты	— 5,0 —	10,0 10,0 10,0	1,0 1,0 1,0	10,0 12,0 12,0	10,0 10,0 10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$
Средства, предназначенные для ухода за кожей, ногтями и волосами: косметические кремы, молочко, сливки, сметанка, эмульсии, маски, пилинги, скрабы, кремы на гелевой основе и др. (кроме кремов для бритья)	—	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$
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 и подводка для глаз и др.	—	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$

Окончание таблицы А/1

Виды продукции	Добавление воды, $см^3$	Добавление раствора надсернокислого калия, $см^3$	Добавление этилового спирта, $см^3$	Добавление азотной кислоты ос. ч., $см^3$	Добавление серной кислоты, $см^3$	Примечания
Изделия декоративной косметики на жировосковой основе, предназначенные для макияжа и ухода за кожей, глазами и губами: губные помады, 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.	—	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$
Порошкообразные и компактные изделия, предназначенные для макияжа лица, тела и волос: пудра, блеск для лица, тела и волос, румяна, тени для век, тальк, присыпка и др.	5,0	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$
Моющие гигиенические косметические изделия, 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)	—	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$
Туалетное твердое мыло, твердые сухие дезодоранты	10,0	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$
Средства для ухода за ногтями и их окраски: лаки, эмали, закрепители, жидкости для снятия лака и растворители	5,0	10,0	1,0	10,0	10,0	Используют колбу вместимостью 500 $см^3$. После взятия навески лак распределяют по дну колбы, ставят под тягу, выдерживают 15 мин., после чего производят добавление реактивов

УДК 665.57/.58:543.632.472:006.35

МКС 71.040.40;
71.100.70

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, определение содержания ртути, атомно-абсорбционный спектрометр, минерализация, стандартный раствор, градуировочные растворы, деструкция

Редактор *Н.Н. Мигунова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *С.В. Косторновой*

Сдано в набор 04.07.2016. Подписано в печать 12.08.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,49.

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru