ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52621— 2006

ИЗДЕЛИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКИЕ

Колориметрические методы определения массовых долей ртути, свинца, мышьяка, кадмия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Рабочей группой с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 360 «Парфюмерно-косметическая продукция» и при содействии Российской парфюмерно-косметической ассоциации

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 360 «Парфюмерно-косметическая продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2006 г. № 338-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

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

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2007
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008
Переиздание (по состоянию на апрель 2008 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИЗДЕЛИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКИЕ

Колориметрические методы определения массовых долей ртути, свинца, мышьяка, кадмия

Perfumery and cosmetics.
Colorimetric methods for the determination of the mercury, lead, arsenic, cadmium content

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на парфюмерно-косметические изделия (далее — изделия) и устанавливает колориметрические методы определения массовых долей (содержания) ртути, свинца, мышьяка, кадмия в диапазоне измерений от 0 % до 0,0015 % (от 0 до 15 мг/кг).

2 Нормативные ссылки*

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 177—88 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 1027—67 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8864—71 Реактивы. Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 10733—98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

Издание официальное

* См. примечание ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» (с. 14).

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21400—75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

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

ГОСТ 29188.0—91 Изделия парфюмерно-косметические. Правила приемки, отбор проб, методы органолептических испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Показатели точности методов определения массовых долей ртути, свинца, мышьяка, кадмия

При соблюдении всех регламентируемых стандартом условий показатели точности — границы относительной погрешности (δ, %), относительные пределы повторяемости ($r_{отн.}$, %) и воспроизводимости ($R_{отн.}$, %) результатов измерений массовых долей ртути, свинца, мышьяка, кадмия в указанных диапазонах измерений при доверительной вероятности $P = 0$ соответствуют значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон измерения массовых долей, %	Показатели точности		
		Границы относительной погрешности $\pm \delta$, %	Предел повторяемости $r_{отн.}$, % ($n = 2$)	Предел воспроизводимости $R_{отн.}$, % ($m = 2$)
Массовая доля ртути	От 0,0 до 0,0001 включ. Св.0,0001 до 0,0015 включ.	15 10	15 10	20 15
Массовая доля свинца	От 0,0 до 0,0005 включ. Св.0,0005 до 0,0015 включ.	14 8	14 8	18 10
Массовая доля мышьяка	От 0,0 до 0,0002 включ. Св.0,0002 до 0,0015 включ.	12 6	12 6	15 8
Массовая доля кадмия	От 0,0 до 0,0002 включ. Св.0,0002 до 0,0015 включ.	10 7	10 7	15 10

4 Отбор проб

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 29188.0 (раздел 2).

5 Методы испытаний

5.1 Определение массовой доли ртути

5.1.1 Сущность метода

Метод основан на колориметрическом определении оптической плотности окрашенного раствора дитизоната ртути в кислой среде при длине волны 513 нм.

5.1.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0001 г.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Спектрофотометр лабораторный, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны 450—650 нм с точностью до 0,5 нм.

Часы по ГОСТ 10733.

Баня песчаная, обеспечивающая поддержание температуры до 300 °С.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры до 100 °С.

Колбы $К_н$-1—250(500)—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Воронки В-25—38 ХС, В-100—250 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки ВД-1(3)—25, 250, 500, 1000 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)-1—1, 5, 10 по ГОСТ 29227.

Стакан В-1—500 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки П-2—10—14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(3)—25, 50 по ГОСТ 1770.

Термометры жидкостные стеклянные с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 250 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Штатив химический.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:2.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы массовой долей 25 % и 1 %.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или медицинский.

Кислота аскорбиновая медицинская, раствор массовой долей 3 %.

Перекись водорода по ГОСТ 177 или медицинская, раствор массовой долей 33 %.

Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, раствор массовой долей 1 %.

Ртуть двухлористая, стандарт-титр, содержащий 1 мг ионов ртути в 1 $см^3$.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по документу, в соответствии с которым он изготовлен, раствор массовой долей 0,0002 %.

Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

5.1.3 Приготовление вспомогательных растворов

5.1.3.1 Приготовление раствора дитизона в хлороформе

В стакане взвешивают 0,20 г дитизона, растворяют в 200 $см^3$ хлороформа, переносят в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$ и добавляют в нее 200 $см^3$ 1 % раствора аммиака и 20 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты массовой долей 3 %. Смесь тщательно взбалтывают в течение 8—10 мин и оставляют до полного расслоения.

Водную фазу собирают в колбу, а хлороформенную фазу экстрагируют повторно 2—3 раза 100 $см^3$ 1 % раствора аммиака с добавлением 10 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты.

Объединенные водные фазы переносят в делительную воронку вместимостью 1000 $см^3$, в которую вносят 100 $см^3$ хлороформа, и подкисляют по каплям концентрированной соляной кислотой до 3 ед. pH по универсальной индикаторной бумаге.

Содержимое воронки тщательно перемешивают в течение 8—10 мин. При этом дитизон переходит в хлороформенную фазу, которая окрашивается в интенсивный сине-зеленый цвет, а водная фаза становится бесцветной.

Хлороформенную фазу отделяют, переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см^3 и дважды промывают дистиллированной водой по 500—600 см^3 посредством перемешивания в течение 8—10 мин для удаления хлоридов.

Хлороформенную фазу, представляющую собой концентрированный чистый раствор дитизона в хлороформе, хранят при комнатной температуре в течение 6 мес в темной склянке под слоем раствора аскорбиновой кислоты толщиной не менее 1 см.

Для приготовления разведенных растворов дитизона используют концентрированный чистый раствор дитизона в хлороформе. Концентрацию дитизона определяют спектрофотометрически при длине волны 605 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм исходя из коэффициента молярного поглощения дитизона в хлороформе, равного 32000 оптических единиц (о.е).

Рабочий раствор дитизона массовой долей 0,0002 % готовят путем разведения в хлороформе исходного концентрированного раствора дитизона.

Раствор дитизона в хлороформе массовой долей 0,0002 %, необходимый для испытания, имеет оптическую плотность 0,25 о.е.

5.1.3.2 Приготовление раствора лимоннокислого натрия — раствора А

1,0 г лимоннокислого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды, соляной кислотой доводят до 3 ед. pH по универсальной индикаторной бумаге и затем доводят до метки. Раствор хранят в холодильнике в течение месяца.

5.1.3.3 Приготовление стандартного раствора двухлористой ртути в растворе лимоннокислого натрия — раствора Б

Для приготовления раствора Б берут 1,0 см^3 стандарт-титра ртути, содержащего 1 мг ионов ртути в 1 см^3, и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 . Добавляют 70—80 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 концентрированной соляной кислоты. Доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор содержит 10 мкг ионов ртути в 1 см^3. Раствор хранят при комнатной температуре до 6 мес. Затем 2 см^3 этого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят раствором А до метки, перемешивают. Полученный раствор Б содержит 1 мкг ионов ртути в 5 см^3. Хранят раствор в холодильнике в течение месяца.

5.1.4 Подготовка пробы к испытанию

В колбе вместимостью 100 см^3 взвешивают 2,000—3,000 г изделия, добавляют 5,0 см^3 концентрированной серной кислоты, содержимое размешивают стеклянной палочкой. Колбу ставят на песчаную баню комнатной температуры и начинают нагревать. При этом происходит обугливание органических веществ, содержащихся в косметическом изделии.

При достижении температуры песка от 80 °С до 100 °С в колбу вставляют коническую воронку, через которую по каплям добавляют концентрированную азотную кислоту так, чтобы реакционная смесь не очень сильно вспенивалась. Процесс продолжают до тех пор, пока смесь не начнет светлеть, изменяя цвет до темно-желтого или светло-коричневого, и при этом не станет прозрачной.

После чего колбу снимают с песчаной бани и дают немного остыть до температуры 90 °С — 100 °С.

Затем в нее по каплям добавляют перекись водорода до обесцвечивания раствора. После чего колбу снова ставят на песчаную баню и содержимое упаривают досуха, следя за тем, чтобы температура песка не превышала 250 °С.

По окончании выпаривания колбу снимают с песчаной бани и дают ей остыть до температуры (20 ± 2) °С.

Затем для растворения сухого остатка в колбу добавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор тщательно перемешивают стеклянной палочкой и оставляют на 2 ч.

Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу, промывают фильтр соляной кислотой, разбавленной 1:2, и водой так, чтобы общий объем фильтрата не превышал 20 см^3. Фильтрат высушивают досуха на кипящей водяной бане.

Для получения исследуемого раствора сухой остаток растворяют в 5 см^3 раствора А и доводят до 3 ед. pH по универсальной индикаторной бумаге, добавляя по каплям соляную кислоту или, в случае необходимости, раствор аммиака массовой долей 25 %.

5.1.5 Проведение испытания

В три делительные воронки вместимостью 25 см^3 вносят последовательно: в первую — 5 см^3 исследуемого раствора, во вторую — 5 см^3 раствора Б (стандартного раствора), в третью — 5 см^3 раствора А (контрольный опыт). Добавляют в каждую воронку по 5 см^3 раствора дитизона в хлороформе, тщательно перемешивают, дают отстояться до расслоения и собирают в пробирки хлороформенную фазу. Экстракцию проводят повторно, добавляя во все воронки по 5 см^3 хлороформа. Хлороформенные фазы объединяют и измеряют оптическую плотность при длине волны 513 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

При наличии ионов ртути хлороформенная фаза окрашивается в темно-желтый цвет.

5.1.6 Вычисление результатов измерений

Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают соответственно из значений оптических плотностей исследуемого и стандартного раствора.

Массовую долю ртути $X_р$, %, вычисляют по формуле

$$X_р = \frac{A_и}{A_с M_и} 10^{-4}, \quad (1)$$

где $A_и$ — оптическая плотность исследуемого раствора, о.е;

$A_с$ — оптическая плотность стандартного раствора — раствора Б, содержащего 1 мкг ионов ртути, о.е/мкг;

$M_и$ — масса навески изделия, г;

10^{-4} — коэффициент перевода в проценты.

5.1.7 Обработка полученных результатов

Проводят два параллельных определения, расхождение между результатами которых не должно превышать предела повторяемости, приведенного в таблице 1. Результаты измерений считаются приемлемыми при условии

$$[X_{р1} - X_{р2}] \le r, \quad (2)$$

где $X_{р1}$, $X_{р2}$ — значения двух параллельных определений;

r — абсолютное значение предела повторяемости.

Абсолютное значение предела повторяемости r, % массовой доли ртути, вычисляют по формуле

$$r = 0{,}01\, r_{отн}\, X_{р.\,ср}, \quad (3)$$

где значение $r_{отн}$, %, приведено в таблице 1;

$X_{р.\,ср}$ — среднеарифметическое значение $X_{р1}$ и $X_{р2}$.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение $X_{р.\,ср}$, % массовой доли ртути, результатов двух параллельных определений, удовлетворяющих условию (2).

Если условие (3) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (5.2.2).

Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение предела повторяемости результатов параллельных определений, и содержать не более двух значащих цифр.

Контроль точности результатов измерений проводят в соответствии с приложением А.

5.1.8 Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$X_{р.\,ср},\ \%,\ P = 0{,}95,\ \delta,$$

где $X_{р.\,ср}$ — среднеарифметическое результатов измерений массовой доли ртути, признанных приемлемыми, %;

δ — границы относительной погрешности, %, (таблица 1).

5.2 Определение массовой доли свинца

5.2.1 Сущность метода

Метод основан на колориметрическом определении оптической плотности окрашенного раствора комплекса свинца с сульфарсазеном при длине волны 513 нм.

Метод не распространяется на зубные пасты, содержащие соединения цинка.

5.2.2 Средства измерения, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0001 г.

Спектрофотометр лабораторный, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны 450—650 нм с точностью 0,5 нм.

Печь муфельная, обеспечивающая автоматическое регулирование температуры от 700 °С до 750 °С.

Часы по ГОСТ 10733.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Воронки В-25—38 ХС; В-100—250 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—600 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы 1, 2 по ГОСТ 9147.
Пробирки П-2—10—14/23 по ГОСТ 1770.
Цилиндры 1(3)—25,50 по ГОСТ 1770.
Пипетки 6 (7)—1,5,10 по ГОСТ 29227.
Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.
Штатив химический.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Бумага индикаторная универсальная.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.
Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой долей 25 %.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой долей 2 %.
Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, раствор массовой долей 10 %.
Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, раствор массовой долей 2,5 %.
Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, раствор массовой долей 10 %.
Свинец азотнокислый, стандарт-титр, содержащий 1 мг свинца в 1 $см^3$.
Сульфарсазен по документу, в соответствии с которым он изготовлен.

Допускается применение средств измерений и вспомогательных устройств с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

5.2.3 Приготовление вспомогательных растворов

5.2.3.1 Приготовление раствора железистосинеродистого калия массовой долей 10 %

Раствор железистосинеродистого калия связывает ионы цинка, кадмия и таллия, которые также взаимодействуют с сульфарсазеном.

10,0 г железистосинеродистого калия переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в 90 $см^3$ дистиллированной воды, доводят раствором аммиака по каплям до 8,0 ед. pH по универсальной индикаторной бумаге и затем доводят до метки дистиллированной водой.

5.2.3.2 Приготовление раствора тетраборнокислого натрия массовой долей 2,5 %

2,5 г тетраборнокислого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят водой до метки.

Раствор хранят в течение 6 мес.

5.2.3.3 Приготовление раствора сульфарсазена в растворе тетраборнокислого натрия

0,05 г сульфарсазена растворяют в растворе тетраборнокислого натрия в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. Раствор хранят в течение 6 мес в темной склянке в холодильнике.

5.2.3.4 Приготовление раствора сульфарсазена в растворе хлористого аммония

0,05 г сульфарсазена растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в растворе хлористого аммония, доведенного раствором аммиака до 9,0 ед. pH.

Раствор хранят в течение 1 мес в темной склянке в холодильнике.

5.2.3.5 Приготовление стандартного раствора азотнокислого свинца

1,0 $см^3$ стандарт-титра азотнокислого свинца, содержащего 1 мг свинца в 1 $см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 90 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 1,0 $см^3$ раствора соляной кислоты особой чистоты разбавлением 1:1, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Полученный стандартный раствор содержит 10 мкг свинца в 1 $см^3$. Для проведения испытаний берут 1,0 $см^3$ стандартного раствора и добавляют 4,0 $см^3$ дистиллированной воды. Полученный раствор азотнокислого свинца объемом 5,0 $см^3$ с содержанием свинца 2 мкг в 1 $см^3$ используют для испытаний .

5.2.4 Подготовка пробы изделия к испытанию (кроме зубной пасты)

Изделие массой 2,000—3,000 г взвешивают в фарфоровом стакане, добавляют 1,0 $см^3$ концентрированной серной кислоты и перемешивают стеклянной палочкой. Стакан помещают в муфельную печь комнатной температуры и нагревают в течение 2—3 ч до температуры 600 °С — 650 °С.

В стакан, охлажденный до температуры (20 ± 2) °С, добавляют 5,0 $см^3$ соляной кислоты, содержимое размешивают стеклянной палочкой и оставляют на 1 ч. Затем смесь доводят раствором аммиака до 8,0 ед. pH по универсальной индикаторной бумаге, оставляют на 30 мин, фильтруют через фильтровальную бумагу и промывают стакан и фильтр небольшими порциями дистиллированной воды. Объем фильтрата (исследуемый раствор) измеряют цилиндром.

5.2.5 Подготовка пробы зубной пасты к испытанию

Изделие массой 2,000—3,000 г взвешивают в фарфоровом стакане, добавляют 1,0 см^3 концентрированной серной кислоты и перемешивают стеклянной палочкой. Стакан помещают в муфельную печь комнатной температуры и нагревают в течение 2—3 ч до температуры 600 °С—650 °С.

В стакан, охлажденный до температуры (20 ± 2) °С, добавляют 5,0 см^3 соляной кислоты, содержимое размешивают стеклянной палочкой и оставляют на 1 ч. Затем смесь доводят раствором аммиака до 9,0 ед. pH по универсальной индикаторной бумаге, оставляют на 2 ч, фильтруют через фильтровальную бумагу и промывают стакан и фильтр небольшими порциями раствора аммиака с pH 9,0 ед. Объем фильтрата (исследуемый раствор) измеряют цилиндром.

5.2.6 Проведение испытания изделия (кроме зубной пасты)

В три мерные пробирки последовательно вносят по 5 см^3 исследуемого раствора, стандартного раствора азотнокислого свинца и дистиллированной воды (контрольный опыт). Добавляют в каждую пробирку по 1,0 см^3 раствора железистосинеродистого калия, 4 см^3 раствора тетраборнокислого натрия и содержимое пробирок перемешивают. Затем вносят в каждую пробирку по 0,2 см^3 раствора сульфарсазена в растворе тетраборнокислого натрия, вновь перемешивают, выдерживают 30 мин и измеряют оптическую плотность при длине волны 513 нм на спектрофотометре. При наличии свинца развивается красноватое окрашивание.

5.2.7 Проведение испытания зубной пасты

В три мерные пробирки последовательно вносят по 5 см^3 исследуемого раствора, стандартного раствора азотнокислого свинца и дистиллированной воды (контрольный опыт). Добавляют в каждую пробирку по 0,1 см^3 раствора железистосинеродистого калия, 4 см^3 раствора хлористого аммония, доведенного до 9,0 ед. pH раствором аммиака, 1,0 см^3 раствора лимоннокислого натрия, доведенного до 9,0 ед. pH. Содержимое пробирок перемешивают. Затем вносят в каждую пробирку по 0,5 см^3 раствора сульфарсазена в растворе хлористого аммония, вновь перемешивают, выдерживают 30 мин и измеряют оптическую плотность при длине волны 513 нм на спектрофотометре. При наличии свинца развивается красноватое окрашивание.

5.2.8 Вычисление результатов измерений

Значение оптической плотности контрольного опыта вычитают соответственно из значений оптических плотностей стандартного раствора и исследуемого раствора.

Массовую долю свинца $X_с$, %, вычисляют по формуле

$$X_с = \frac{A_и V_о}{A_с m_н 5} 10^{-4}, \quad (4)$$

где $A_и$ — оптическая плотность исследуемого раствора, о.е;

$V_о$ — объем фильтрата, см^3, по 5.2.4;

$A_с$ — оптическая плотность стандартного раствора, содержащего 10 мкг свинца, о.е/мкг;

$m_н$ — масса навески изделия, г;

5 — объем исследуемого раствора, см^3;

10^{-4} — коэффициент перевода в проценты.

5.2.9 Обработка полученных результатов

Обработка полученных результатов измерений массовой доли свинца — по 5.1.7.

5.2.10 Оформление результатов измерений

Оформление результатов измерений массовой доли свинца — по 5.1.8.

5.3 Определение массовой доли мышьяка

5.3.1 Сущность метода

Метод основан на превращении соединений мышьяка в мышьяковистый водород с последующим колориметрическим определением оптической плотности раствора мышьяковистого водорода в виде окрашенного соединения с диэтилдитиокарбаматом серебра в хлороформе при длине волны 520 нм.

5.3.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,0001 г.

Спектрофотометр лабораторный, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны 450—650 нм с точностью 0,5 нм.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Часы по ГОСТ 10733.

Баня песчаная, обеспечивающая поддержание температуры до 350 °С.

Прибор для отгонки и поглощения мышьяка по ГОСТ 26930.

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

Воронки В-25—38 ХС, В-100–250 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1–100, 200, 500 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера 3 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(3)—25,50 по ГОСТ 1770.

Пробирки П-2—10(15)—14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Пипетки 6(7) —1—1, 5, 10 по ГОСТ 29227.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Термометры жидкостные стеклянные с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 360 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Эксикатор 1(2)—230 по ГОСТ 25336.

Вата по ГОСТ 5556.

Штатив химический.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, плотностью 1,19 г/см^3, раствор концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или медицинский.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор массовой долей 1 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, раствор массовой долей 2 %.

Натрия N,N–диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864, ч.д.а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор массовой долей 10 %.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.д.а., гранулированный.

Олово двухлористое по документу, в соответствии с которым оно изготовлено.

Цинк гранулированный по ГОСТ 3640, х.ч.

Моноэтаноламин, ч., по документу, в соответствии с которым он изготовлен.

Ангидрид мышьяковистый, стандарт-титр, содержащий 0,1 мг мышьяка в 1 см^3.

Кальций хлористый обезвоженный, гранулированный (осушитель).

Лед.

Допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

5.3.3 Приготовление вспомогательных растворов

5.3.3.1 Приготовление диэтилдитиокарбамата серебра

В стакане взвешивают 1,70 г азотнокислого серебра и растворяют его в 100 см^3 дистиллированной воды.

В стакане взвешивают 2,30 г диэтилдитиокарбамата натрия, добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр.

Оба раствора охлаждают до температуры 4 °С—6 °С, затем медленно вливают раствор азотнокислого серебра в раствор диэтилдитиокарбамата натрия. В результате реакции образуется осадок желтого цвета диэтилдитиокарбамата серебра, который отфильтровывают на воронке Бюхнера и промывают холодной водой температурой 4 °С—6 °С до исчезновения в промывных водах реакции на серебро с раствором соляной кислоты.

Осадок собирают в стакан, разрыхляют стеклянной палочкой и сушат в эксикаторе над хлористым кальцием в темноте до постоянного веса при температуре (20 ± 2) °С.

Диэтилдитиокарбамат серебра хранят в склянке с плотно притертой пробкой в темноте не более 6 мес.

5.3.3.2 Приготовление поглощающего раствора (раствор диэтилдитиокарбамата серебра в хлороформе с моноэтаноламином)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 80—90 см^3 хлороформа и 1,0 г диэтилдитиокарбамата серебра, перемешивают до растворения, добавляют 1 см^3 моноэтаноламина и доводят до метки хлороформом. Для работы используют свежеприготовленный поглощающий раствор.

5.3.3.3 Приготовление раствора двухлористого олова в соляной кислоте

Взвешивают 20,0 г двухлористого олова, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 70 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, перемешивают до растворения и доводят до метки соляной кислотой.

5.3.3.4 Приготовление ваты, пропитанной уксуснокислым свинцом

10 г ваты пропитывают раствором уксуснокислого свинца и высушивают на воздухе. Вату, используемую в поглотительном приборе, хранят в эксикаторе над плавленым хлористым кальцием в течение 6 мес.

5.3.4 Подготовка пробы к испытанию

В колбе вместимостью 250 см^3 взвешивают 2,000—3,000 г изделия, добавляют 5,0 см^3 концентрированной серной кислоты, содержимое размешивают стеклянной палочкой. Колбу ставят на песчаную баню комнатной температуры и начинают нагревать. При этом происходит обугливание органических веществ, содержащихся в изделии.

При температуре песка 80 °С—100 °С в колбу вставляют воронку и добавляют через нее по каплям концентрированную азотную кислоту, следя за тем, чтобы реакционная смесь не очень сильно вспенивалась. Прекращают добавление азотной кислоты, когда смесь становится светло-коричневого или желтого цвета и достаточно прозрачной.

Смесь выпаривают на песчаной бане досуха, следя за тем, чтобы температура песка не превышала 350 °С.

По окончании выпаривания колбу снимают с песчаной бани и дают ей остыть до температуры (20 ± 2) °С.

Для получения исследуемого раствора сухой остаток растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм^3.

5.3.5 Проведение испытания

5.3.5.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят исследуемый раствор, добавляют 25 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, 2,0 см^3 раствора йодистого калия, 1,0 см^3 раствора двухлористого олова, доводят водой объем реакционной смеси до 100 см^3, добавляют 1,0 см^3 раствора сернокислой меди, тщательно перемешивают и выдерживают в течение 5—10 мин.

Затем в колбу вносят 5,0 г гранулированного цинка и быстро собирают прибор для отгонки и поглощения мышьяка. Для поглощения выделяющихся газов используют 10 см^3 поглощающего раствора. Отгоняют образовавшийся мышьяковистый водород в течение 60 мин.

При наличии мышьяка поглощающий раствор в приборе окрашивается в желто-оранжевый цвет.

Определение оптической плотности проводят при длине волны 520 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

5.3.5.2 При приготовлении контрольного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят все реактивы по 5.3.5.1 (кроме исследуемого раствора).

5.3.5.3 При приготовлении стандартного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят раствор стандарт-титра ангидрида мышьяковистого 0,1 см^3, содержащего 10 мкг мышьяка и реактивы по 5.3.5.1 (кроме исследуемого раствора).

Время проведения испытания контрольного и стандартного растворов с поглотительным прибором — 60 мин.

Определение оптической плотности контрольного и стандартного растворов проводят при длине волны 520 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

5.3.6 Вычисление результатов измерений

Если при анализе контрольного раствора цвет поглощающего раствора в поглотительном приборе желтеет, то значение оптической плотности контрольного раствора вычитают из значений оптической плотности стандартного раствора и исследуемого раствора.

Массовую долю мышьяка $X_м$, %, вычисляют по формуле

$$X_м = \frac{A_и}{A_c M} 10^{-4}, \quad (5)$$

где $A_и$ — оптическая плотность исследуемого раствора, о.е;

A_c — оптическая плотность стандартного раствора, содержащего 10 мкг мышьяка, о.е/мкг;

M — масса навески изделия, г;

10^{-4} — коэффициент перевода в проценты.

5.3.7 Обработка полученных результатов

Обработка полученных результатов измерений массовой доли свинца — по 5.1.7.

5.3.8 Оформление результатов измерений

Оформление результатов измерений массовой доли свинца — по 5.1.8.

5.4 Определение массовой доли кадмия

5.4.1 Сущность метода

Метод основан на колориметрическом измерении оптической плотности окрашенного раствора дитизоната кадмия в сильнощелочной среде при длине волны 515 нм.

5.4.2 Средства измерения, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,0001 г.

Спектрофотометр лабораторный, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны 450—650 нм с точностью 0,5 нм.

Печь муфельная, обеспечивающая автоматическое регулирование температуры от 700 °С до 750 °С.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Воронки В-25—38 ХС; В-100—250 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки ВД-1(2)—50, 100 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)—1—1, 5, 10 по ГОСТ 29227.

Стаканы В-1—50 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирки П-1—10 —0,1 ХС, П-2—10—14/23 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(3)—25, 50 по ГОСТ 1770.

Стаканы 2 по ГОСТ 9147.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Штатив химический.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор массовой долей 25 %.

Натрий лимоннокислый 5,5-водный по ГОСТ 22280, раствор массовой долей 2 %.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор массовой долей 5,6 %.

Стандарт-титр кадмия, содержащий 1,0 мг или 0,1 мг ионов кадмия в 1 $см^3$.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или медицинский.

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по документу, в соответствии с которым он изготовлен, раствор массовой долей 0,002 % .

Допускается применение средств измерений и вспомогательных устройств с аналогичными метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

5.4.3 Приготовление вспомогательных растворов

5.4.3.1 Приготовление раствора дитизона в хлороформе по 5.1.3.1 со следующим дополнением:

Рабочий раствор дитизона с массовой долей 0,002 % готовят путем разведения в хлороформе исходного концентрированного раствора дитизона.

Раствор дитизона в хлороформе массовой долей 0,002 %, необходимый для испытания, имеет оптическую плотность 2,5 о.е.

5.4.3.2 Приготовление стандартного раствора ионов кадмия

1,0 $см^3$ стандарт-титра массовой концентрацией 1,0 мг/$см^3$ или 10,0 $см^3$ стандарт-титра массовой концентрацией 0,1 мг/$см^3$ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный стандартный раствор содержит 1 мкг ионов кадмия в 1 $см^3$.

5.4.4 Подготовка пробы к испытанию

Изделие массой 2,000—3,000 г взвешивают в фарфоровом стакане. Стакан помещают в муфельную печь комнатной температуры, нагревают в течение 2—3 ч до температуры 700 °С — 750 °С и печь выключают.

В стакан, охлажденный до температуры (20 ± 2) °С, добавляют 5 $см^3$ соляной кислоты, тщательно размешивают содержимое стеклянной палочкой и оставляют на 1 ч. Затем смесь доводят раствором аммиака до 8,0 ед. pH по универсальной индикаторной бумаге, оставляют на 30 мин. Смесь фильтруют через фильтровальную бумагу и промывают стакан и фильтр небольшими порциями дистиллированной воды. Объем фильтрата (исследуемый раствор) измеряют цилиндром.

5.4.5 Проведение испытания

В делительные воронки вносят последовательно: в первую — 5 см^3 исследуемого раствора, во вторую — 1 см^3 стандартного раствора ионов кадмия и 4 см^3 дистиллированной воды, в третью — 5 см^3 дистиллированной воды (контрольный опыт). Затем в каждую воронку добавляют по 5 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора натрия лимоннокислого и 5 см^3 раствора дитизона в хлороформе. Все тщательно перемешивают, дают полностью расслоиться и собирают хлороформенный слой в пробирки.

Хлороформенный слой исследуемого раствора может быть окрашен в диапазоне от оранжевого до красно-коричневого цвета за счет посторонних ионов тяжелых металлов (свинца, цинка, кобальта, железа).

Собранные хлороформенные слои переносят в другие делительные воронки, добавляют в них по 10 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают и дают расслоиться.

Полученные хлороформенные слои собирают и переносят в следующий ряд делительных воронок. Вновь добавляют по 10 см^3 дистилированной воды и 5 см^3 раствора гидроокиси калия. Все тщательно перемешивают и дают смеси полностью расслоиться. При этом происходит полное разрушение дитизонатов тяжелых металлов и в хлороформенном слое остается только дитизонат кадмия, окрашенный в оранжево-красный цвет.

Оптическую плотность измеряют при длине волны 515 нм в кювете толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

5.4.6 Вычисление результатов измерений

Если при проведении испытания в контрольном опыте цвет хлороформенного слоя окрашен в слабый оранжево-красный цвет, то значение оптической плотности контрольного раствора вычитают из значений оптической плотности стандартного и исследуемого растворов.

Массовую долю кадмия $X_к$, %, вычисляют по формуле

$$X_к = \frac{A_и V_о}{A_с M \cdot 5} 10^{-4}, \qquad (6)$$

где $A_и$ — оптическая плотность исследуемого раствора, о.е;

$V_о$ — объем фильтрата, см^3, по 5.4.4;

$A_с$ — оптическая плотность стандартного раствора, содержащего 10 мкг кадмия, о.е/мкг;

M — масса навески изделия, г;

5 — объем исследуемого раствора, см^3;

10^{-4} — коэффициент перевода в проценты.

5.4.7 Обработка полученных результатов

Обработка полученных результатов измерений массовой доли свинца — по 5.1.7.

5.4.8 Оформление результатов измерений

Оформление результатов измерений массовой доли свинца — по 5.1.8.

Приложение А
(рекомендуемое)

Контроль точности результатов измерений

А.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости ($n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (5.2.2) по отношению к пределу повторяемости, приведенному в таблице 1.

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии

$$[X_1 - X_2] \le r. \qquad (А.1)$$

Абсолютное значение предела повторяемости r, %, вычисляют по формуле

$$r = 0{,}01\, r_{отн}\, X_{ср}. \qquad (А.2)$$

Значение $r_{отн}$, %, приведено в таблице 1.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, удовлетворяющих условию (А.1).

Если условие (А.1) не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (5.2.2).

А.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (5.3.2.1) по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 1.

Результаты измерений, выполненные в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми, если выполняется условие

$$[X_1 - X_2] \le R. \qquad (А.3)$$

Абсолютное значение предела воспроизводимости R, %, вычисляют по формуле

$$R = 0{,}01\, R_{отн}\, X_{ср}. \qquad (А.4)$$

Значение $R_{отн}$, %, приведено в таблице 1.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях воспроизводимости в двух лабораториях, удовлетворяющих условию (А.3).

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (5.3.3).

А.3 Контроль стабильности результатов измерений при реализации метода в лаборатории

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации метода проводят, используя «Метод контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности» по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (6.2.3) с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 (4.2) и по ГОСТ Р 8.563 (7.1.1).

Рекомендуется устанавливать один контролируемый период в квартал с продолжительностью 20—30 дней. В пределах контролируемого периода анализы проводят ежедневно. Получают не менее 20 результатов контрольных измерений для построения контрольных карт Шухарта.

УДК 665.58.001.4:006.354 ОКС 71.100.70 Р16 ОКП 91 5000

Ключевые слова: изделия парфюмерно-косметические, колориметрический метод, определение массовых долей, ртуть, свинец, мышьяк, кадмий

ПРИМЕЧАНИЕ ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

Указанный в разделе 2 «Нормативные ссылки» к ГОСТ Р 52621—2006:

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2000 заменен на ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 27.05.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 89 экз. Зак. 624.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru