УДК 668.583.44.001.4

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 2541—80
	ПАСТА ЗУБНАЯ Методы определения массовой доли тяжелых металлов	
		Группа Р19

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на зубные пасты и устанавливает методы определения массовой доли мышьяка, меди и свинца.

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫШЬЯКА

Определение производят согласно СТ СЭВ 1429—78, п. 4.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЕДИ

2.1. **Полярографический метод**

2.1.1. Сущность метода

Метод основан на определении содержания меди в навеске испытуемой пасты при помощи полярографического раствора на полярографе после предварительного проведения минерализации испытуемой зубной пасты.

2.1.2. Аппаратура

Для проведения определения применяют:

1) полярограф;
2) печь муфельную;
3) тигель фарфоровый;
4) колбу мерную вместимостью 100 cm^3;
5) стакан химический вместимостью 150 cm^3.

2.1.3. Материалы, реактивы и растворы

Для проведения определения применяют:

1) фенолфталеин 0,5%-ный раствор в этиловом спирте;
2) кислоту азотную (1,4 g/cm^3), ч. д. а.;
3) кислоту соляную (1,19 g/cm^3), ч. д. а., 10%-ный раствор,
4) раствор основной для проведения полярографирования; готовят следующим образом: 24 g свежеотогнанного этилен-

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству в области стандартизации
Берлин, декабрь 1980 г.

gost.e-ecolog.ru

диамина помещают в мерную колбу вместимостью 100 cm^3, прибавляют раствор хлористого аммония (10,7 g на 50 cm^3 воды), содержимое колбы тщательно перемешивают, доводят температуру до 20°С и доливают до метки;

5) медь сернокислую, приготовленную по СТ СЭВ 810—77;

6) аммиак, 10%-ный раствор по СТ СЭВ 435—77, п. 2.3;

7) желатина, ч., 0,5%-ный, свежеприготовленный раствор;

8) фильтр-тигель № 4;

9) натрий сернокислый ($Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$), ч. д. а., насыщенный свежеприготовленный раствор.

2.1.4. Проба

Выдавливают содержимое тубы, перемешивают и взвешивают около 5 g пробы с погрешностью не более 0,001 g в предварительно прокипяченном в азотной кислоте фарфоровом тигле.

2.1.5. Подготовка к испытанию

Для проведения испытания проводят минерализацию пробы. Для этого тигель с пастой прокаливают в муфельной печи до получения сухого остатка белого цвета при температуре 400—450°С не менее 3 h. После охлаждения тигель переносят вместе с содержимым в химический стакан вместимостью 150 cm^3, заливают водой до полного погружения, прибавляют 10 cm^3 азотной кислоты и кипятят в течение 15 min. Затем тигель вынимают стеклянной палочкой и ополаскивают водой над этим же стаканом. Полученный раствор вместе с остатком осадка выпаривают досуха.

2.1.6. Проведение определения

Сухой остаток в химическом стакане, полученный согласно п. 2.1.5, заливают 20 cm^3 воды и 5 cm^3 соляной кислоты, слегка нагревают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 cm^3. Химический стакан и фильтр несколько раз промывают горячей водой над колбой. Раствор в колбе охлаждают, прибавляют 2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором аммиачной воды до бледно-розового цвета. Затем прибавляют 20 cm^3 основного раствора для проведения полярографирования, 0,8 cm^3 раствора желатины, 2 cm^3 раствора сернистокислого натрия, доводят до 20°С и доливают водой до метки. Раствор тщательно перемешивают и проводят определение на полярографе, применяя метод прибавления стандартного раствора.

Примечание. Вместо применения сернистокислого натрия допускается продувание азотом в течение 10 min и затем после добавления испытуемого раствора еще 5 min.

2.1.7. Обработка результатов

Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{h\ c\ 100}{\left(h_1 + \frac{(h_1 - h) \cdot V}{V_1}\right) m},$$

где h_1 — высота полярографической кривой испытуемого раствора после прибавления стандартного раствора, mm;

h — высота полярографической кривой испытуемого раствора, mm;

V_1 — объем стандартного раствора, cm^3;

V — объем полярографируемого испытуемого раствора, cm^3;

c — концентрация меди в стандартном растворе, g/cm^3;

m — масса навески исследуемого образца, g.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождения между которыми не превышают 0,001%.

2.2. **Колориметрический метод определения массовой доли меди**

2.2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного соединения меди и диэтилдитиокарбаматом натрия и визуальном сравнении его интенсивности с эталонной шкалой.

2.2.2. Аппаратура

Для проведения определения применяют:

1) печь муфельную;
2) колбу мерную вместимостью 100 cm^3;
3) колбу мерную вместимостью 50 cm^3;
4) стакан химический;
5) пипетку вместимостью 25 cm^3.

2.2.3. Материалы, реактивы и растворы

Для проведения определения применяют:

1) бумажку лакмусовую;
2) фильтры твердые;
3) диэтилдитиокарбамат натрия, ч. д. а., 0,1%-ный, свежеприготовленный раствор;
4) кислоту азотную (1,4 g/cm^3), ч. д. а.;
5) кислоту серную (1,84 g/cm^3), ч. д. а.;
6) кислоту соляную (1,19 g/cm^3), ч. д. а.;
7) гидразинсульфат, ч. д. а., кристаллический, или щавелевокислый аммоний, ч. д. а., насыщенный раствор в дважды перегнанной воде;

8) раствор меди, приготовленный по СТ СЭВ 435—77, п. 2.2.6,

9) аммиак, 25%-ный раствор, ч. д. а.

2.2.4. Проба

Выдавливают содержимое тубы, зубную пасту перемешивают и взвешивают около 1 g пробы с погрешностью не более 0,0001 g в предварительно прокипяченном в азотной кислоте фарфоровом тигле.

2.2.5. Подготовка к испытанию

2.2.5.1. Минерализацию пробы проводят, как указано в п. 2.1.5.

2.2.5.2. Эталонную шкалу приготавливают следующим образом: в пробирки из бесцветного стекла пипеткой отмеряют от 0 до 1 cm^3 стандартного раствора меди с интервалом 0,1 cm^3, что соответствует концентрации меди в растворе: 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 и 10 mg/cm^3. Доводят объем до 10 cm^3 водой, прибавляют 2 cm^3 аммиака и 1 cm^3 диэтилдитиокарбамата натрия, как описано в п. 2.2.6, и перемешивают.

Не следует применять для приготовления эталонной шкалы растворов, содержаших свыше 10 mg/cm^3 меди, так как это вызывает помутнение. В случае помутнения, что указывает на содержание меди в испытуемом растворе свыше 10 mg/cm^3, следует произвести повторное определение с меньшим количеством исследуемого раствора, доводят объем до 10 cm^3 водой.

2.2.6. Проведение определения

Сухой остатск в химическом стакане, полученный согласно п. 2.1.5., заливают 10 cm^3 соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Затем прибавляют 0,1 g гидразинсульфата и 10 cm^3 воды, тщательно перемешивают и выпаривают досуха. К осадку прибавляют 2 cm^3 10%-ного раствора соляной кислоты и 10 cm^3 воды, кипятят и фильтруют горячий раствор в мерную колбу вместимостью 100 cm^3. Стакан и фильтр несколько раз промывают водой над колбой. Раствор охлаждают до 20°С и доводят объем до метки.

В мерную колбу вместимостью 50 cm^3 отмеряют пипеткой 25 cm^3 раствора минерализованной испытуемой пасты, нейтрализуют его аммиаком по лакмусовой бумажке и подогревают на кипящей водяной бане в течение 30 min. Охлаждают содержимое колбы, дополняют объем водой до метки и оставляют до следующего дня для полной коагуляции осадка гидроокиси железа. Одновременно следует провести те же операции с контрольным образцом (слепая проба), приготовленным из всех перечисленных реактивов, с соблюдением тех же условий (температура). Затем, не мутя осадка, отби-

рают осторожно в пипетку 10 $см^3$ исследуемой жидкости над осадком, сливают в пробирку из бесцветного стекла, прибавляют 2 $см^3$ аммиака и 1 $см^3$ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Содержимое пробирки тщательно перемешивают и и сравнивают желтую окраску раствора с эталонной шкалой, приготовленной по п. 2.2.5.2. Одновременно с исследуемым образцом проводят таким же образом определение в растворе слепой пробы и получившуюся окраску тоже сравнивают с эталонной шкалой по п. 2.2.5.2. Окраску растворов сравнивают на белом фоне, наблюдая сверху поверхность растворов.

2.2.7. Обработка результатов

Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 2000}{m},$$

где m_1 — масса меди в навеске пробы, определенная по эталонной шкале, g;

m_2 — масса меди в контрольном образце (в слепой пробе), определенная по эталонной шкале, g;

m — масса навески пробы, g.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождения между которыми не превышают 0,001%.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СВИНЦА

Определение проводят согласно СТ СЭВ 806—77.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация ПНР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области химической промышленности.

2. Тема — 14.550.11—78.

3. Стандарт СЭВ утвержден на 48-м заседании Постоянной Комиссии СЭВ по стандартизации.

4. Сроки начала применения стандарта СЭВ.

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	Январь 1984 г.	Январь 1984 г.
ВНР	Июль 1984 г.	Июль 1984 г.
СРВ		
ГДР	—	—
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1982 г.	Январь 1982 г.
СРР	—	—
СССР	Январь 1983 г.	—
ЧССР	Январь 1983 г.	Январь 1983 г.

5. Срок первой проверки стандарта СЭВ — 1989 г., периодичность проверки — 5 лет.

gost.e-ecolog.ru