

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 см³;
- 5) стакан химический вместимостью 150 см³.

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 г/см³), ч. д. а.;
 - 3) кислоту соляную (1,19 г/см³), ч. д. а., 10%-ный раствор,
 - 4) раствор основной для проведения полярографирования;
- готовят следующим образом: 24 г свежееотогнанного этилен-

диамина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют раствор хлористого аммония (10,7 г на 50 см³ воды), содержимое колбы тщательно перемешивают, доводят температуру до 20°C 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, свежeproкипяченный раствор;

8) фильтр-тигель № 4;

9) натрий сернокислый ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), ч. д. а., насыщенный свежеприготовленный раствор.

2.1.4. Проба

Выдавливают содержимое тубы, перемешивают и взвешивают около 5 г пробы с погрешностью не более 0,001 г 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 прокалывают в муфельной печи до получения сухого остатка белого цвета при температуре 400—450°C не менее 3 ч. После охлаждения тигель переносят вместе с содержимым в химический стакан вместимостью 150 см³, заливают водой до полного погружения, прибавляют 10 см³ 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 см³ воды и 5 см³ соляной кислоты, слегка нагревают и фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³. 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 см³ основного раствора для проведения полярографирования, 0,8 см³ раствора желатины, 2 см³ раствора сернистокислого натрия, доводят до 20°C 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

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

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

h — высота полярографической кривой испытуемого раствора, мм;

V_1 — объем стандартного раствора, см³;

V — объем полярографируемого испытуемого раствора, см³;

c — концентрация меди в стандартном растворе, г/см³;

m — масса навески исследуемого образца, г.

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 см³;
- 3) колбу мерную вместимостью 50 см³;
- 4) стакан химический;
- 5) пипетку вместимостью 25 см³.

2.2.3. Магериалы, 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 г/см³), ч. д. а.;
- 5) кислоту серную (1,84 г/см³), ч. д. а.;
- 6) кислоту соляную (1,19 г/см³), 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 г пробы с погрешностью не более 0,0001 г 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 готовят следующим образом: в пробирки из бесцветного стекла пипеткой отмеряют от 0 до 1 см³ стандартного раствора меди с интервалом 0,1 см³, что соответствует концентрации меди в растворе: 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 и 10 мг/см³. Доводят объем до 10 см³ водой, прибавляют 2 см³ аммиака и 1 см³ диэтилдитиокарбамата натрия, как описано в п. 2.2.6, и перемешивают.

Не следует применять для приготовления эталонной шкалы растворов, содержащих свыше 10 мг/см³ меди, так как это вызывает помутнение. В случае помутнения, что указывает на содержание меди в испытуемом растворе свыше 10 мг/см³, следует произвести повторное определение с меньшим количеством исследуемого раствора, доводят объем до 10 см³ водой.

2.2.6. Проведение определения

Сухой остаток в химическом стакане, полученный согласно п. 2.1.5., заливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Затем прибавляют 0,1 г гидразинсульфата и 10 см³ воды, тщательно перемешивают и выпаривают досуха. К осадку прибавляют 2 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты и 10 см³ воды, кипятят и фильтруют горячий раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³. Стакан и фильтр несколько раз промывают всдой над колбой. Раствор охлаждают до 20°C и доводят объем до метки.

В мерную колбу вместимостью 50 см³ отмеряют пипеткой 25 см³ раствора минерализованной испытуемой пасты, нейтрализуют его аммиаком по лакмусовой бумажке и подогревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. 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, г;

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

m — масса навески пробы, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождения между которыми не превышают $0,031\%$.

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.