ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 6486-1— 2007

Посуда керамическая, стеклокерамическая и стеклянная столовая, используемая в контакте с пищей. Выделение свинца и кадмия

Часть 1

МЕТОД ИСПЫТАНИЯ

ISO 6486-1:1999
Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food — Release of lead and cadmium — Part 1: Test method
(IDT)

Издание официальное

БЗ 11—2007/393

Москва
Стандартинформ
2008

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 ПОДГОТОВЛЕН учреждением «Сертификационный центр «ФАРФОР» на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2007 г. № 412-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 6486-1:1999 «Посуда керамическая, стеклокерамическая и стеклянная столовая, используемая в контакте с пищей. Выделение свинца и кадмия. Часть 1. Метод испытания» (ISO 6486-1:1999 «Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food — Release of lead and cadmium — Part 1: Test method»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении А

5 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

© Стандартинформ, 2008

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 1
4 Принцип метода испытания 2
5 Реактивы и материалы 3
6 Аппаратура 3
7 Отбор образцов 4
8 Метод испытания 4
9 Обработка результатов испытания 6
10 Воспроизводимость и изменчивость результатов испытания 6
11 Протокол испытания 7
Приложение А (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам 8

Поправка к ГОСТ Р ИСО 6486-1—2007 Посуда керамическая, стеклокерамическая и стеклянная столовая, используемая в контакте с пищей. Выделение свинца и кадмия. Часть 1. Метод испытания

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 3.16. Второй — четвертый абзац	- малые — вместимостью более 1,1 л; - большие — вместимостью не более 1,1 л; - для хранения — вместимостью не более 3 л;	- малые — вместимостью менее 1,1 л; - большие — вместимостью не менее 1,1 л; - для хранения — вместимостью не менее 3 л;

(ИУС № 7 2009 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Посуда керамическая, стеклокерамическая и стеклянная столовая, используемая в контакте с пищей. Выделение свинца и кадмия

Часть 1

МЕТОД ИСПЫТАНИЯ

Ceramic ware, glass-ceramic ware and glass dinnerware in contact with food. Release of lead and cadmium. Part 1. Test method

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытания для определения выделений свинца и кадмия из керамической, стеклокерамической и стеклянной столовой посуды, используемой в контакте с пищей, за исключением металлических изделий с эмалевым покрытием. Стандарт распространяется на керамическую, стеклокерамическую и стеклянную столовую посуду, которая предназначена для приготовления, тепловой обработки, потребления и хранения пищи и напитков, за исключением изделий, используемых в пищевой промышленности, и тару.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 385-2:1984 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки, для которых не устанавливается время выдержки

ИСО 648:1977 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ИСО 1042:1998 Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной отметкой

ИСО 3585:1998 Стекло боросиликатное 3.3. Свойства

ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **атомно-абсорбционная спектрометрия** (atomic absorption spectrometry): Метод спектрального анализа для качественного определения и количественной оценки концентраций элементов путем измерения атомной абсорбции свободных атомов.

3.2 **атомная абсорбция** (atomic absorption): Поглощение электромагнитного излучения свободными атомами в газовой фазе, при котором получается линия спектра, специфическая для поглощающих атомов.

3.3 **метод ограничивающих растворов** (bracketing technique): Аналитический метод, заключающийся в ограничении измеренного поглощения или показания отсчетного устройства для данного образца между двумя измерениями, проведенными на калибровочных растворах с соседними концентрациями в оптимальном рабочем диапазоне.

3.4 **калибровочная функция** (calibration function): Функция, связывающая показания прибора для измерения атомной абсорбции, в единицах абсорбции, с концентрацией свинца и кадмия, дающей соответствующее показание прибора.

3.5 **керамическая посуда** (ceramic ware): Керамические изделия, которые предназначены для пищи, например посуда из фарфора и фаянса как глазурованная, так и неглазурованная.

Издание официальное

3.6 **посуда для тепловой обработки пищевых продуктов** (cooking ware): Посуда, специально предназначенная для нагрева в ходе приготовления пищи и напитков обычными тепловыми способами и в микроволновых печах.

3.7 **столовая посуда** (dinnerware): Изделия, специально предназначенные для потребления пищи за столом: тарелки, чашки и салатницы, за исключением мерных емкостей, обычно используемых для напитков, таких как бокалы и графины.

3.8 **прямой метод определения** (direct method of determination): Метод анализа, заключающийся в том, что измеренное поглощение или данные считывания включаются в калибровочную функцию и определяется концентрация аналита.

3.9 **питьевой край** (drinking rim): Участок шириной 20 мм на наружной поверхности сосуда для напитка, измеренный вниз от верхнего края вдоль стенки сосуда.

3.10 **экстрагирующий раствор** (extraction solution): Уксусная кислота, 4%-ный (по объему) раствор, полученный после экстрагирующего испытания, который анализируется для определения свинца и кадмия.

3.11 **атомно-абсорбционная спектрометрия в пламени** (flame atomic absorption spectrometry): Атомно-абсорбционная спектрометрия, в которой используется пламя для образования свободных атомов анализируемого материала в газовой фазе.

3.12 **плоские изделия** (flatware): Керамическая или стеклянная посуда глубиной не более 25 мм, измеренной от самой нижней точки до горизонтальной плоскости, проходящей через точку перелива.

3.13 **посуда** (foodware): Изделия, которые предназначены для приготовления, тепловой обработки, потребления и хранения пищи или напитков.

3.14 **стеклокерамика** (glass ceramics): Неорганический материал, полученный путем полного расплавления сырьевых материалов при высоких температурах в гомогенную жидкость, которую затем охлаждают до твердого состояния, при поддержке температуры до получения микрокристаллического тела.

3.15 **стекло** (glass): Неорганический материал, полученный путем полного расплавления сырьевых материалов при высоких температурах в гомогенную жидкость, которая затем охлаждается до твердого состояния без кристаллизации.

Примечание — Материал может быть прозрачным, цветным или непрозрачным в зависимости от количества используемых красителей и глушителей.

3.16 **глубокие изделия** (hollowware): Керамическая посуда глубиной более 25 мм, измеренной от самой нижней точки до горизонтальной плоскости, проходящей через точку перелива. Глубокие изделия разделяют на три категории в зависимости от объема (вместимости):

- малые — вместимостью более 1,1 л;
- большие — вместимостью не более 1,1 л;
- для хранения — вместимостью не более 3 л;

чашки и кружки — малые керамические глубокие изделия, обычно используемые для потребления напитков, например кофе или чая, при повышенной температуре.

Примечание — Чашки и кружки представляют собой сосуды с ручкой вместимостью приблизительно 240 мл. Чашки обычно имеют изогнутые боковые стороны, тогда как кружки имеют цилиндрическую форму.

3.17 **оптимальный рабочий диапазон** (optimum working range): Диапазон концентраций аналита, в пределах которого зависимость между абсорбцией и концентрацией практически линейная.

3.18 **контрольная площадь поверхности** (reference surface area): Площадь поверхности, которая должна контактировать с пищей при нормальном использовании.

3.19 **испытательный раствор** (test solution): Растворитель, используемый в испытаниях, для извлечения свинца и кадмия из испытуемого изделия [4 %-ный (по объему) раствор уксусной кислоты].

3.20 **посуда со стекловидным эмалевым покрытием** (vitreous enameled ware): Металлические изделия со стекловидным неорганическим покрытием, нанесенным путем наплавления при температуре выше 500 °С.

4 Принцип метода испытания

На силикатные поверхности наносят 4%-ный (по объему) раствор уксусной кислоты на 24 ч при температуре (22 ± 2) °С, чтобы извлечь свинец и/или кадмий, при наличии, с поверхностей изделий или испытательных образцов.

Количество экстрагированных свинца и кадмия определяют методом атомно-абсорбционной спектрометрии в пламени. При типовых испытаниях можно использовать другие аналогичные методы анализа.

5 Реактивы и материалы

5.1 Реактивы

Все реактивы должны быть установленной аналитической чистоты. Дистиллированная вода или вода эквивалентной чистоты (вода 3-го класса, соответствующая требованиям ИСО 3696) должна использоваться в течение всего испытания.

5.1.1 Уксусная кислота (CH_3COOH), ледяная, ρ = 1,05 г/мл.

5.1.2 Испытательный раствор, 4%-ный (по объему) раствор уксусной кислоты.

Добавляют 40 мл уксусной кислоты (5.1.1) к дистиллированной воде и разбавляют до 1 л. Раствор следует использовать свежеприготовленным. Можно приготовить раствор в пропорционально увеличенном объеме.

5.1.3 Основной раствор свинца.

Готовят аналитические основные растворы, содержащие (1000 ± 1) мг свинца на литр испытательного раствора (5.1.2). Допускается использовать поставляемые промышленностью стандартные растворы свинца для атомно-абсорбционной спектрометрии.

5.1.4 Основной раствор кадмия.

Готовят аналитические основные растворы, содержащие (1000 ± 1) мг кадмия на литр испытательного раствора (5.1.1). Допускается использовать поставляемый промышленностью стандартный раствор кадмия для атомно-абсорбционной спектрометрии.

5.1.5 Стандартный раствор свинца.

Разбавляют основные растворы свинца до 10-кратного объема испытательным раствором (5.1.2) для получения стандартного раствора свинца концентрацией 100 мг/л .

5.1.6 Стандартный раствор кадмия.

Разбавляют основные растворы кадмия до 100-кратного объема испытательным раствором (5.1.2) для получения стандартного раствора кадмия концентрацией 10 мг/л.

Примечание — Стандартные растворы можно хранить в соответствующих подвергнутых старению плотно закрытых сосудах (например из полиэтилена) в течение четырех недель без потери качества. Новые сосуды можно подвергнуть старению, наполнив их стандартным раствором и оставив на 24 ч. Применяемый для старения раствор выбрасывают.

Рекомендуется использовать стеклянные пипетки с одной отметкой или прецизионные поршневые пипетки с фиксированным ходом, обычно на 1000 и 500 мкл, и соответствующую мерную стеклянную посуду (например от 500 до 2000 мл) для приготовления соответствующих калибровочных растворов путем разбавления стандартных основных растворов (5.1.5 и 5.1.6) испытательным раствором (5.1.2). Данные растворы следует держать в соответствующих сосудах, подвергнутых старению. Растворы следует заменять на новые каждые четыре недели.

5.2 Материалы

5.2 1 Парафин с высокой температурой плавления.

5.2.2 Моющее средство — промышленно поставляемое некислотное ручное моющее средство для посуды, разбавленное согласно рекомендациям изготовителя.

5.2.3 Силиконовый герметик, способный образовывать герметическую ленту диаметром около 6 мм. Этот герметик не должен выщелачивать кадмий или свинец в испытательный раствор (5.1.2).

6 Аппаратура

6.1 Атомно-абсорбционный спектрометр

Атомно-абсорбционный спектрометр, оснащенный источниками света (лампы с полым катодом или безэлектродные разрядные лампы), специфическими для свинца или кадмия, инструментальной коррекцией фона, однощелевой (около 100 мм) газовой горелкой. Можно также использовать устройство считывания концентрации. Следует использовать воздушно-ацетиленовое пламя и проводить анализ в рабочих условиях, рекомендованных изготовителем прибора. При этих условиях для Pb характеристическая концентрация (концентрация, которая обусловливает атомное поглощение 0,0044) должна быть приблизительно (± 20 %) 0,2 мг/л, измеренная при 217 нм. Для Cd характеристическая концентрация должна быть приблизительно (± 20 %) 0,02 мг/л, измеренная при 228,8 нм.

Примечание — В соответствующих случаях для аналитического подтверждения присутствия свинца можно использовать длину волны 283,3 нм.

6.2 Вспомогательное оборудование

6.2.1 Сортовая стеклянная посуда, соответствующая определенным требованиям, из боросиликатного стекла по ИСО 3585.

6.2.2 Бюретка вместимостью 25 мл, градуированная с ценой деления 0,05 мл, соответствующая ИСО 358-2, класса В или выше.

6.2.3 Крышки для испытуемых изделий, например пластины, стекла для часов, чашки Петри различных размеров. Крышки должны быть непрозрачными, если для испытаний отсутствует темная комната.

6.2.4 Пипетки с одной отметкой вместимостью 10 и 100 мл по ИСО 648. При необходимости можно применять пипетки других размеров.

6.2.5 Мерные колбы с одной отметкой вместимостью 100 и 1000 мл по ИСО 1042. При необходимости можно применять колбы других размеров.

6.2.6 Прецизионные поршневые пипетки с фиксированной величиной хода, обычно 1000 и 500 мкл.

6.2.7 Поверочная линейка и глубиномер, градуированные в миллиметрах.

7 Отбор образцов

7.1 Очередность отбора

При отборе образцов от партии разнообразной посуды предпочтение отдается изделиям, имеющим наибольшее отношение площади поверхности к объему в каждой категории. Особое внимание при отборе образцов уделяют изделиям с интенсивно окрашенными или декорированными поверхностями, контактирующими с пищей.

7.2 Объем выборки

Рекомендуется разработать систему контроля при отборе образцов, соответствующую конкретным условиям. Во всех случаях следует испытывать не менее четырех образцов. Все образцы должны быть одинаковых размеров, формы, цвета и декора.

7.3 Подготовка образцов к испытанию

Образцы посуды должны быть чисто вымыты и очищены от жира и других веществ, влияющих на результаты испытаний. Для этого образцы быстро моют раствором некислотного моющего средства при температуре 40 °С, ополаскивают водопроводной, затем дистиллированной или эквивалентной ей по чистоте водой. Дают воде стечь, сушат в сушильном шкафу или вытирают фильтровальной бумагой. Нельзя использовать образцы с остатками грязи. Нельзя прикасаться к испытуемой поверхности после очистки.

Если какая-то часть поверхности образца (не внутренняя поверхность крышки) не предназначена для контакта с пищей при обычном пользовании, эту поверхность после первоначального мытья и сушки следует закрыть каким-нибудь защитным покрытием, таким как парафин или силикон, которые будут противостоять воздействию испытательного раствора и не будут выделять какого-либо детектируемого количества свинца или кадмия в испытательный раствор.

8 Метод испытания

8.1 Определение контрольной площади поверхности для плоской посуды

Помещают образец на лист гладкой бумаги и очерчивают контур по краю. Определяют ограниченную площадь подходящими средствами. Рекомендованный метод состоит в том, чтобы вырезать и взвесить этот ограниченный участок и определить площадь путем сравнения полученного веса с весом прямоугольного листа известной площади. Записывают эту площадь S_R в квадратных дециметрах до двух десятичных знаков. Для круглых изделий контрольная площадь поверхности может быть вычислена по диаметру этого изделия.

8.2 Подготовка изделий, которые невозможно заполнить

Изделия заполняют до уровня на расстоянии 6 мм от точки перелива при измерении вдоль наклонной боковой стороны плоской посуды или до уровня, отстоящего на 1 мм от края при вертикальном измерении для глубокой посуды. Изделия, которые не могут быть заполнены таким образом, чтобы высота кислоты в самой глубокой точке была как минимум 5 мм, характеризуются как незаполняемые. Изделия этого типа можно испытывать одним из следующих методов:

а) Стандартные изделия можно устанавливать в форму из силиконового каучука, которая образует водонепроницаемый слой для изделия и выступает над краем не более чем на 6 мм, обеспечивая глубину не менее 5, но не более 25 мм. Образцы, приготовленные таким образом, испытывают как заполняемую плоскую посуду.

b) Борт из силиконового герметика может быть образован вокруг края изделия, обеспечивая заполнение изделия на глубину как минимум 5, но не более 25 мм. Борт должен выступать не более чем на 6 мм от края изделия.

Образцы, приготовленные таким образом, испытывают как заполняемую плоскую посуду.

c) Все поверхности изделия, кроме контрольной, можно покрыть расплавленным парафином и затем испытывать изделия, погружая в испытательный раствор. Образцы, приготовленные таким образом, испытывают как незаполняемую плоскую посуду.

8.3 Экстрагирование

8.3.1 Температура экстрагирования

Экстрагирование проводят при температуре (22 ± 2) °С. При определении кадмия экстрагирование следует проводить в темноте.

8.3.2 Выщелачивание

8.3.2.1 Заполняемые изделия

Каждый образец заполняют испытательным раствором (5.1.2) до уровня, отстоящего от точки перелива на 1 мм при вертикальном измерении для глубокой посуды или на 6 мм от точки перелива при измерении вдоль поверхности для плоской посуды. При испытании плоской посуды измеряют и записывают объем 4%-ной (по объему) уксусной кислоты, используемый для заполнения изделия. Образец закрывают. Продолжительность выщелачивания — (24 ± 0,5) ч.

8.3.2.2 Незаполняемые изделия

Изделия, которые были маскировочно покрыты парафином [8.2, перечисление c)], помещают в соответствующий сосуд, например из боросиликатного стекла, соответствующего размера и добавляют испытательный раствор (5.1.2) в достаточном количестве, чтобы полностью покрыть образец. Записывают количество добавляемой уксусной кислоты с точностью до 2 %. Продолжительность выщелачивания — (24 ± 0,5) ч.

8.3.3 Отбор проб для анализа экстрагирующего раствора

Перед отбором проб экстрагирующий раствор перемешивают мешалкой или другим подходящим способом, чтобы избежать потерь раствора или истирания испытуемой поверхности. Извлекают достаточное количество экстрагирующего раствора пипеткой и переносят его в подходящий сосуд для хранения.

Анализ экстрагирующего раствора проводят, по возможности, сразу, поскольку существует опасность адсорбции свинца или кадмия на стенках сосуда для хранения, особенно при малых концентрациях этих металлов.

8.4 Питьевой край и другие специальные испытания

Чашки можно испытывать, делая метку на 20 мм ниже края на наружной поверхности каждого из четырех образцов. Каждую чашку, перевернутую вверх дном, помещают в соответствующий лабораторный стеклянный сосуд, диаметр которого в 1,25 — 2 раза больше диаметра чашки. Добавляют в сосуд 4%-ную (по объему) уксусную кислоту в достаточном количестве, чтобы заполнить чашку до 20 мм отметки. Оставляют на 24 ч при (22 ± 2) °С (в темноте, когда определяют кадмий) и защищают от избыточного испарения. Перед отбором выщелачиваемого продукта добавляют, при необходимости, в сосуд 4%-ную (по объему) уксусную кислоту, чтобы восстановить 20 мм уровень раствора. Определяют содержание свинца и кадмия методом атомно-абсорбционной спектрометрии и регистрируют результаты измерения в миллиграммах на изделие.

Примечание — Это необязательная процедура для оценки питьевого края.

8.5 Калибрование

Устанавливают атомно-абсорбционный спектрометр (6.1) согласно инструкциям изготовителя, используя длины волн 217,0 нм — для определения свинца и 228,8 нм — для определения кадмия, с соответствующей поправкой на фоновое поглощение.

Примечание — В соответствующих случаях можно использовать длину волны 283,3 нм для аналитического подтверждения присутствия свинца.

Всасывают нулевой раствор из серии калибровочных растворов и устанавливают нулевое значение прибора. Всасывают серию калибровочных растворов, приготовленных путем разведения стандартного раствора испытательным раствором (5.1.2), и строят калибровочные графики в линейном диапазоне.

Предлагаемые диапазоны:

- 0,5 — 10 мг/л Pb;
- 0,05 — 0,5 мг/л Cd.

8.6 Определение свинца и кадмия

Устанавливают спектрометр, как описано выше. Всасывают дистиллированную воду, а затем 4%-ную (по объему) уксусную кислоту и проверяют, чтобы атомное поглощение было установлено на нулевом значении. Всасывают экстрагирующий раствор, перемешанный с испытательным раствором (5.1.2), и регистрируют значения спектральной поглощательной способности экстрагирующих растворов.

Если обнаружено, что концентрация свинца в экстрагирующем растворе выше 10 мг/л, разбавляют соответствующую аликвотную часть испытательным раствором (5.1.2), чтобы уменьшить концентрацию до значения ниже 10 мг/л.

Аналогичную процедуру проводят для определения кадмия.

9 Обработка результатов испытания

9.1 Метод ограничивающих растворов

Концентрацию свинца или кадмия ρ_0, мг/л, вычисляют по формуле

$$\rho_0 = \left[\left(\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \right) (\rho_2 - \rho_1) + \rho_1 \right] d, \quad (1)$$

где A_0 — атомное поглощение свинца или кадмия в экстрагирующем растворе;

A_1 — атомное поглощение свинца или кадмия в ограничивающем растворе с меньшей концентрацией;

A_2 — атомное поглощение свинца или кадмия в ограничивающем растворе с большей концентрацией;

ρ_1 — концентрация свинца или кадмия ограничивающего раствора с концентрацией по нижнему пределу, мг/л;

ρ_2 — концентрация свинца или кадмия ограничивающего раствора с концентрацией по верхнему пределу, мг/л.

Примечание — При разбавлении экстрагирующего раствора в формулу вводят поправочный коэффициент *d*.

9.2 Метод с применением калибровочного графика

Концентрацию свинца или кадмия считывают непосредственно с калибровочного графика или устройства считывания концентрации.

9.3 Определение выделений свинца или кадмия из плоской посуды

Количество свинца или кадмия, выделяющееся с единицы поверхности плоской посуды R_0, мг/дм^2, определяют по формуле

$$R_0 = \frac{\rho_0 V}{S_R}, \quad (2)$$

где ρ_0 — концентрация свинца или кадмия отобранного экстракционного раствора, мг/л;

V — наполняемый объем образца, л;

S_R — контрольная площадь поверхности изделия, дм^2.

Для глубокой посуды результат представляют с точностью до 0,1 мг свинца на литр и с точностью 0,01 мг кадмия на литр.

Для плоской посуды результат представляют с точностью до 0,1 мг свинца на квадратный дециметр и с точностью до 0,01 мг кадмия на квадратный дециметр. Также указывают концентрацию свинца и кадмия в растворе выщелачивания с точностью до 0,1 мг свинца на литр и с точностью до 0,01 мг кадмия на литр.

10 Воспроизводимость и изменчивость результатов испытания

Измерения выделения свинца и кадмия из керамической посуды подвержены погрешностям аналитической воспроизводимости результатов и изменчивости элементов выборки. Материал, приведенный в настоящем разделе, представляет научный и технический интерес, но не имеет нормативного или законодательного значения в контексте настоящего стандарта.

10.1 Воспроизводимость

Три типа погрешностей измерения имеют место при аналитическом определении концентрации свинца и кадмия. Они приведены в таблице 1 с соответствующим значением стандартного отклонения для каждого типа.

Таблица 1

Источник отклонений от номинального значения	Стандартное отклонение, мг/л	
	Определение Pb	Определение Cd
Анализ внутри лаборатории	0,04	0,004
Анализ между лабораториями	0,06	0,007
Взаимодействие лабораторного анализа и выборки	0,06	0,01
Воспроизводимость	0,094	0,012

Взаимодействие лабораторного анализа и выборки (таблица 1) отражает погрешность анализа, которая должна быть одинаковой в различных лабораториях. Подробное рассмотрение можно найти в элементарных статистических текстах, которые обращаются к методам дисперсионного анализа. Воспроизводимость рассчитывают как квадратный корень суммы квадратов стандартных отклонений от трех источников расхождений.

10.2 Изменчивость

Аналитическую воспроизводимость рекомендуется рассматривать в связи с изменчивостью экстрагирования, присущей поведению стеклянных и керамических поверхностей. Эта изменчивость — непостоянство выборки — является самым большим источником экспериментальной погрешности. Коэффициент изменчивости выделения свинца и кадмия для больших выборок обычно составляет 60 %. Среднее значение выделения свинца для большой совокупности должно быть приблизительно 0,58 мг/л во избежание того, чтобы в одном из четырех испытательных образцов не был превышен предел 2 мг/л в одном случае из 10000. В таблице 2 показано влияние среднего значения совокупности и значений стандартных отклонений на вероятность того, что в одном из четырех или в одном из шести образцов будет превышено предельное значение 2 мг/л.

Таблица 2

Среднее значение совокупности	Стандартное отклонение совокупности	Вероятность для 1 из 4 образцов более 2 мг/л	Вероятность для 1 из 6 образцов более 2 мг/л
0,4	0,24	Менее 0,00001	Менее 0,00001
0,8	0,48	0,13826	0,20005
1,2	0,72	0,75836	0,88122
0,4	0,12	Менее 0,00001	Менее 0,00001
0,8	0,24	0,00002	0,00004
1,2	0,36	0,32568	0,44627

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификацию образца, включая тип, происхождение и назначение;

c) площадь поверхности или контрольную площадь поверхности и объем заполнения или контактный объем для незаполняемых изделий и испытательных образцов;

d) количество испытанных образцов;

e) результаты испытаний, выраженные как индивидуальные значения для каждого образца и среднее значение для группы испытанных образцов.

Результаты испытаний для глубоких изделий должны быть представлены с точностью до 0,1 мг/л свинца и с точностью до 0,01 мг/л кадмия.

Значения для плоских изделий должны быть указаны с точностью до 0,1 мг/дм^2 для свинца и с точностью до 0,01 мг/дм^2 для кадмия.

Примечание — В качестве дополнительной информации при испытаниях плоских изделий также следует включать концентрацию растворов и регистрировать их с точностью до 0,1 г/л для свинца и с точностью до 0,01 мг/л для кадмия;

f) все необычные явления, замеченные во время проведения анализа;

g) любые дополнительные испытания или испытания, не включенные в настоящий стандарт.

Приложение А
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам

Таблица А.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 385-2:1984	ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания
ИСО 648:1977	ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ИСО 1042:1998	*
ИСО 3585:1998	*
ИСО 3696:1987	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

УДК 642.72—033.6:543.06:006.354 ОКС 81.040.30 81.060.20 У19

Ключевые слова: керамическая, стеклокерамическая, стеклянная посуда, токсичные вещества, свинец, кадмий, определение содержания, безопасность

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.03.2008. Подписано в печать 19.03.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,15. Тираж 323 экз. Зак. 266.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.