

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПОСУДА КЕРАМИЧЕСКАЯ В КОНТАКТЕ С ПИЩЕЙ

ВЫДЕЛЕНИЕ СВИНЦА И КАДМИЯ

МЕТОД ИСПЫТАНИЯ

Издание официальное

БЗ 2—2002

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

Изменение № 1 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24.05.2001)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25185—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25185—87

5 ИЗДАНИЕ (июль 2002 г.) с Изменением № 1, принятым в сентябре 2001 г. (ИУС 12—2001)

© ИПК Издательство стандартов, 1995

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**Посуда керамическая в контакте с пищей****ВЫДЕЛЕНИЕ СВИНЦА И КАДМИЯ****Метод испытания****ГОСТ
25185—93**Ceramic ware in contact with food. Release of lead and cadmium.
Method of test**(ИСО 6486-1—81)**МКС 81.060.20
97.040.60
ОКСТУ 5991
5992

Дата введения 1995—01—01

1 Назначение

Настоящий стандарт устанавливает метод испытания на выделение свинца и кадмия из керамической посуды (посуда из фарфора, мягкого фарфора, полуфарфора и фаянса как глазурованная, так и неглазурованная), имеющей контакт с пищей, за исключением посуды из стекла, стеклокерамики и эмалированной посуды.

2 Область применения

Настоящий стандарт применяется для керамических изделий, которые используют для приготовления, подачи к столу, сервировки и хранения продуктов питания и напитков, исключая изделия, используемые в пищевой промышленности и в качестве тары.

3 Ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты.

ГОСТ 21400—75* Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 28390—89 Изделия фарфоровые. Технические условия.

Раздел 3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4 Определения

В настоящем стандарте используются следующие определения:

4.1 **керамическая посуда**: Керамические изделия, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами, например, посуда для пищи, изготовленная из фарфора, мягкого фарфора, полуфарфора, фаянса и майолики, как глазурованная, так и неглазурованная.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2 **плоские изделия**: Керамическая посуда глубиной не более 25 мм при измерении от самой нижней точки до горизонтальной плоскости, проходящей через точку перелива.

4.3 **полые изделия**: Керамическая посуда глубиной более 25 мм при измерении от самой нижней точки до горизонтальной плоскости, проходящей через точку перелива.

* До введения международного стандарта ИСО 3585 в качестве государственного стандарта следует пользоваться ГОСТ 21400.

Полые изделия в зависимости от вместимости подразделяют на большие и малые:

- а) большие полые изделия — полая посуда вместимостью 1,1 дм³ и более;
- б) малые полые изделия — полая посуда вместимостью менее 1,1 дм³.

4.4 испытательный раствор: Раствор, используемый в испытаниях для экстрагирования свинца и кадмия из керамической посуды.

4.5 губной край: Наружная поверхность полых изделий, сосудов для питья (бокалов, кружек, чашек и др.) на расстоянии $(20,0 \pm 0,5)$ мм, измеренном вдоль поверхности изделия под прямым углом к его верхней кромке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5 Принцип метода испытания

Экстракция свинца и кадмия раствором уксусной кислоты с поверхности керамической посуды, вступающей в контакт с пищевыми продуктами.

Определение содержания экстрагированных свинца и кадмия с помощью атомно-абсорбционной спектрометрии.

6 Реактивы

Все реактивы должны быть марки «чистый для анализа». Используют только дистиллированную воду или воду эквивалентной степени очистки.

6.1 Уксусная кислота (CH_3COOH) ледяная, $\rho = 1,05 \text{ г/см}^3$. Реактив хранить в темноте.

6.2 Испытательный раствор — уксусная кислота с объемной долей 4 %.

40 см³ ледяной уксусной кислоты (6.1) разбавляют дистиллированной водой до объема 1000 см³. Для испытаний использовать свежеприготовленный раствор.

6.3 Основные растворы сравнения

Приготавливают основные растворы сравнения массовой концентрации 1000 мг свинца в 1 дм³ и не менее 500 мг кадмия в 1 дм³ раствора уксусной кислоты (6.2) или раствора азотной кислоты с объемной долей 2 %.

Можно использовать типовые, поставляемые промышленностью, растворы свинца и кадмия для атомно-абсорбционной спектрометрии.

7 Приборы

7.1 Атомно-абсорбционный спектрометр, имеющий чувствительность не менее 0,50 мг свинца в 1 дм³ или 0,05 мг кадмия в 1 дм³ для 1 % абсорбции. Прибор обслуживается согласно инструкции изготовителя. Числовое считывающее устройство для определения концентрации необязательно, но полезно для скоростного анализа.

7.2 Емкость из боросиликатного стекла по ГОСТ 21400 или из фарфора по ГОСТ 28390.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8 Образцы

8.1 Очередность отбора

Образцы керамической посуды отбирают в следующей очередности:

- а) большая полая посуда;
- б) малая полая посуда;
- в) плоская посуда.

Предпочтение отдается изделиям, имеющим большее отношение площади поверхности к объему в каждой данной категории. Особое внимание при отборе образцов уделяют изделиям с интенсивно окрашенной или декорированной поверхностью, имеющей контакт с пищей.

8.2 Численность образцов

Рекомендуется разработать систему контроля, учитывающую конкретные условия производства.

При возможности следует испытывать по шесть образцов. Все образцы должны быть одинаковыми по размеру, форме, цвету и декору.

8.3 Подготовка образцов к испытанию

Образцы столовой посуды должны быть вымыты и очищены от жира и других веществ, влияющих на результаты испытаний.

Образцы быстро моют раствором неокислительного моющего средства с температурой 40 °С, ополаскивают водопроводной, затем дистиллированной или эквивалентной ей по чистоте водой. Дают воде стечь, сушат изделие в сушильном шкафу или с помощью новой фильтровальной бумаги, не допуская оставления пятен. После очистки не прикасаться к испытываемой поверхности изделий.

9 Проведение испытаний

9.1 Определение заполняемого объема

Образцы помещают на ровную горизонтальную поверхность и заполняют водой до уровня, отстоящего на 5 мм от края (точки перелива при измерении вдоль поверхности образца). Объем воды измеряют с точностью $\pm 2\%$.

9.2 Определение относительной поверхности для плоской посуды.

Перевернутый вверх дном образец помещают на миллиметровую бумагу и очерчивают контур по краю. Вычисляют площадь очерченной поверхности и считают это как относительную поверхность A_R в квадратных дециметрах.

9.3 Экстрагирование

9.3.1 Температура экстрагирования

Экстрагирование проводят при температуре $(22 \pm 2)^\circ\text{C}$.

9.3.2 Выщелачивание

Образцы заполняют испытательным раствором, приготовленным согласно 6.2, до уровня, отстоящего на 5 мм от края (точка перелива при измерении вдоль поверхности образца).

При испытании губного края сосудов для питья образцы погружают вверх дном в емкость с плоским дном из боросиликатного стекла или недекорированного фарфора высотой не менее 25 мм и диаметром, превышающим диаметр образца не более чем в 1,5 раза. Емкость с образцом помещают на горизонтальную поверхность и наливают в нее испытательный раствор, приготовленный по 6.2, до уровня, соответствующего расстоянию $(20 \pm 0,5)$ мм, измеренному вдоль поверхности образца под прямым углом к верхней кромке.

Образцы накрывают светонепроницаемым материалом для предотвращения воздействия света на испытываемую поверхность образца.

Продолжительность выщелачивания (1440 ± 10) мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.4 Отбор экстракционного раствора для анализа

Перед отбором экстракционного раствора для определения концентрации свинца или кадмия экстракционный раствор от каждого образца перемешивают, избегая потери раствора или истирания испытываемой поверхности, например, несколько раз с помощью пипетки отбирают и выпускают обратно в образец (на образец) экстракционный раствор. Экстракционный раствор не следует разбавлять, например при ополаскивании образцов. Экстракционный раствор переносят в сосуд из боросиликатного стекла по ГОСТ 21400. Переносить весь экстракционный раствор необязательно. Анализ экстракционного раствора проводят по возможности быстро, так как существует опасность адсорбции свинца и кадмия на стенках сосуда, особенно при малых концентрациях этих металлов.

9.5 Градуировка

Измерительную аппаратуру устанавливают и тщательно настраивают на максимальную чувствительность, так как для определения массовой концентрации свинца на уровне $0,50\text{ мг/дм}^3$ или массовой концентрации кадмия на уровне $0,05\text{ мг/дм}^3$ требуются максимальные технические возможности большинства приборов.

Рабочие растворы сравнения готовят разбавлением основных растворов сравнения (6.3) испытательным раствором (6.2), используют метод ограничивающих растворов или строят градуировочный график, например, с абсорбцией рабочих растворов сравнения на оси абсцисс и массовой концентрацией свинца и кадмия в миллиграммах на 1 дм^3 — на оси ординат. Для каждой серии испытаний с используемыми реактивами проводят измерения контрольного раствора (испытательного раствора).

При испытании губного края сосудов для питья проводят измерение испытательного раствора по п. 6.2 в условиях испытания без контакта с образцом.

9.6 Определение массовой концентрации свинца и кадмия

Приблизительную массовую концентрацию свинца и кадмия в экстракционном растворе определяют методом ограничивающих растворов, используя приготовленные рабочие растворы сравнения (9.5). Эти измерения можно проводить с любым считывающим устройством. При использовании усредняющего устройства в сочетании со считывающим устройством уменьшается воздействие «шума» и достигается повышение достоверности и точности результатов.

Если установлено, что массовая концентрация свинца в экстракционном растворе выше 20 мг/дм³, то берут необходимую аликвотную часть и разбавляют ее испытательным раствором (6.2), снижая массовую концентрацию до значения менее 20 мг/дм³.

Вместо этого можно использовать типовой раствор сравнения более высокой концентрации.

Аналогичным образом поступают при определении кадмия.

Массовую концентрацию свинца и кадмия в экстракционном растворе определяют методом атомно-абсорбционной спектрометрии, руководствуясь инструкцией изготовителя прибора.

Допускается при анализе экстракционных растворов применять другие методы, не уступающие указанному выше по чувствительности и точности определения массовой концентрации свинца и кадмия.

9.5, 9.6 (Измененная редакция, Изм. № 1).

10 Выражение результатов

10.1 Метод ограничивающих растворов

Массовую концентрацию свинца или кадмия (c_0) в миллиграммах на кубический дециметр экстракционного раствора вычисляют по формуле

$$c_0 = \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \cdot (c_2 - c_1) + c_1,$$

где A_0 — поглощение свинца или кадмия в экстракционном растворе;

A_1 — поглощение свинца или кадмия в ограничивающем растворе меньшей концентрации;

A_2 — поглощение свинца или кадмия в ограничивающем растворе большей концентрации;

c_1 — массовая концентрация свинца или кадмия в ограничивающем растворе меньшей концентрации, мг/дм³;

c_2 — массовая концентрация свинца или кадмия в ограничивающем растворе большей концентрации, мг/дм³.

Примечание. При разбавлении экстракционного раствора (9.6) в формулу вводят поправочный коэффициент.

10.2 Метод градуировочного графика

Массовую концентрацию свинца или кадмия рассчитывают непосредственно по градуировочному графику или с помощью считывающего устройства.

10.3 Вычисление выделения свинца и кадмия из плоской посуды

Количество свинца или кадмия, выделяющееся с единицы поверхности плоской посуды (α_0), выраженное в миллиграммах на квадратный дециметр (дм²), рассчитывают по формуле

$$\alpha_0 = \frac{c_0 V}{A_R},$$

где c_0 — массовая концентрация свинца или кадмия в экстракционном растворе (10.1 или 10.2), мг/дм³;

A_R — относительная поверхность образца (9.2), дм²;

V — наполняемый объем образца (9.1), дм³.

10.4 Представление результатов

Для поллой посуды и губного края сосудов для питья результаты представляют с точностью до 0,1 мг свинца на 1 дм³ и с точностью до 0,01 мг кадмия на 1 дм³.

Для плоской посуды результаты представляют с точностью до 0,1 мг свинца на квадратный дециметр и с точностью до 0,01 мг кадмия на квадратный дециметр.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

11 Отчет об испытании

Отчет об испытании должен содержать следующие сведения:

- а) ссылку на настоящий стандарт;
- б) характеристику образца;
- в) результаты и способ их выражения;
- г) любые необычные наблюдения (отклонения), отмеченные во время испытаний;
- д) любые операции, не включенные в настоящий стандарт или считающиеся необязательными.

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 19.08.2002. Подписано в печать 23.09.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.
Тираж 180 экз. С 7407. Зак. 784.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.

<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано и Издательство на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.

Плр № 080102

Изменение № 1 ГОСТ 25185—93 Посуда керамическая в контакте с пищей. Выделение свинца и кадмия. Метод испытания

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24.05.2001)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 3835

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандарт-лары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. Ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты.

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

(Продолжение см. с. 11)

ГОСТ 28390—89 Изделия фарфоровые. Технические условия».

Пункт 4.1. Заменить слова: «и фаянса» на «фаянса и майолики».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.5:

«4.5. Губной край — наружная поверхность полых изделий, сосудов для питья (бокалов, кружек, чашек и др.) на расстоянии $(20,0 \pm 0,5)$ мм, измеренном вдоль поверхности изделия под прямым углом к его верхней кромке».

Пункты 7.2, 9.3.2 изложить в новой редакции:

«7.2. Емкость из боросиликатного стекла по ГОСТ 21400 или из фарфора по ГОСТ 28390.

9.3.2. *Выщелачивание*

Образцы заполняют испытательным раствором, приготовленным согласно п. 6.2, до уровня, отстоящего на 5 мм от края (точка перелива при измерении вдоль поверхности образца).

При испытании губного края сосудов для питья образцы погружают вверх дном в емкость с плоским дном из боросиликатного стекла или недекорированного фарфора высотой не менее 25 мм и диаметром, превышающим диаметр образца не более чем в 1,5 раза. Емкость с образцом помещают на горизонтальную поверхность и наливают в нее испытательный раствор, приготовленный по п. 6.2, до уровня, соответствующего расстоянию $(20 \pm 0,5)$ мм, измеренному вдоль поверхности образца под прямым углом к верхней кромке.

Образцы накрывают светонепроницаемым материалом для предотвращения воздействия света на испытываемую поверхность образца.

Продолжительность выщелачивания (1440 ± 10) мин».

Пункт 9.5 дополнить абзацем:

«При испытании губного края сосудов для питья проводят измерение испытательного раствора по п. 6.2 в условиях испытания без контакта с образцом».

Пункт 9.6 дополнить абзацем:

«Допускается при анализе экстракционных растворов применять другие методы, не уступающие указанному выше по чувствительности и точности определения массовой концентрации свинца и кадмия».

Пункт 10.4. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Для полых посуды и губного края сосудов для питья результаты представляют с точностью до 0,1 мг свинца на 1 дм^3 и с точностью до 0,01 мг кадмия на 1 дм^3 ».