wycof 1.01.91
7/90 poz 15
vb. 90/7020-01

6550

UKD 642.722:666.5/.6.001.4

CERAMIKA BADANIA	NORMA BRANŻOWA	BN-85 7020-01
	Naczynia ceramiczne kontaktujące się z żywnością Oznaczanie uwalnianego ołowiu i kadmu	Zamiast BN-78/7020-01
		Grupa katalogowa 0809

BN-85/7020-01 (eqv ISO 6486/1-81 i neq CT CЭB 3356-81)

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie metodą spektrometrii atomowej ołowiu i kadmu uwalnianego z powierzchni naczyń ceramicznych przeznaczonych do kontaktowania się z żywnością, a przede wszystkim dla naczyń porcelanowych, porcelitowych, fajansowych i kamionkowych, dekorowanych i nie dekorowanych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do oznaczania zawartości ołowiu od 0,5 mg/l i kadmu od 0,05 mg/l.

1.3. Określenia

1.3.1. naczynia płaskie — naczynia ceramiczne mające wewnętrzną głębokość nie większą niż 25 mm, mierzoną od najniższego punktu do linii równoległej przechodzącej przez punkt przelewu.

1.3.2. naczynia drążone — naczynia ceramiczne mające wewnętrzną głębokość większą niż 25 mm, mierzoną od najniższego punktu do linii równoległej przechodzącej przez punkt przelewu.

W zależności od pojemności rozróżnia się:

a) duże naczynia drążone: naczynia drążone pojemności 1,1 l i więcej,

b) małe naczynia drążone: naczynia drążone pojemności mniejszej niż 1,1 l.

1.3.3. objętość napełnienia (V) — objętość naczyń drążonych, mierzona z dokładnością do ±2% do wysokości 5 mm poniżej punktu przelewu w ml.

1.3.4. powierzchnia naczynia (A_R) — powierzchnia naczynia płaskiego w dm^2, zamknięta w obwodzie obrzeża, obliczona z obrysu obrzeża wykonanego na papierze milimetrowym.

1.3.5. roztwór testowy — rozpuszczalnik użyty w metodzie badań do ekstrakcji ołowiu i kadmu z naczyń ceramicznych, a stanowiący 4% roztwór lodowatego kwasu octowego (v/v).

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Metoda polega na ekstrakcji ołowiu i kadmu z powierzchni naczyń ceramicznych, które mogą mieć kontakt z żywnością za pomocą roztworu testowego, w czasie 24 h w temperaturze pokojowej bez działalności światła, a następnie oznaczaniu w ekstrakcie zawartości tych pierwiastków metodą atomowej spektroskopii absorpcyjnej (Pb przy λ = = 283,3 nm lub 217,0 nm, a dla Cd przy λ = 228,8 nm).

2.2. Odczynniki i roztwory. Podczas analizy, jeśli nie zaznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki o stopniu czystości cz.d.a. oraz wodę redestylowaną. Można stosować odczynniki o innym stopniu czystości, jeśli uprzednio stwierdzono, że odczynnik ma wystarczającą czystość i nie zmniejszy dokładności oznaczania.

a) Kwas octowy lodowaty (CH_3COOH), d = 1,05 g/l. Odczynnik należy przechowywać w ciemnym miejscu.

b) Roztwór testowy: kwas octowy, roztwór 4%(v/v), przygotowany w następujący sposób: 40 ml lodowatego kwasu octowego (a) wlać do wody redestylowanej i rozcieńczyć do 1000 ml. Roztwór ten należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

c) Octan ołowiawy [$(CH_3COO)_2Pb \cdot 3H_2O$].

d) Azotan ołowiawy [$Pb(NO_3)_2$].

e) Octan kadmowy [$Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$].

f) Siarczan kadmowy ($CdSO_4$).

g) Kwas solny, roztwór 1%(m/m).

h) Roztwór podstawowy ołowiu zawierający w 1 ml roztworu 1 mg ołowiu przygotować w następujący sposób:

— 1,8306 ±0,0002 g octanu ołowiawego rozpuścić w 4% roztworze kwasu octowego w kolbie pomiarowej i uzupełnić tym roztworem do 1 l lub

— 1,598 ±0,0002 g azotanu ołowiawego rozpuścić w kolbie pomiarowej w 4% roztworze kwasu octowego i uzupełnić tym roztworem do 1 l. Może być również stosowany wzorcowy roztwór ołowiu, dostępny w sprzedaży.

Zgłoszona przez Instytut Szkła i Ceramiki
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Szkła i Ceramiki dnia 25 października 1985 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1986 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1985 poz. 31)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE „ALFA" 1986. Druk. Wyd. Norm. W-wa. Ark. wyd. 0,50 Nakł. 1200+55 Zam. 136/86 Cena zł 18,00

i) Roztwór porównawczy ołowiu, Nr I, zawierający w 1 ml roztworu 0,1 mg ołowiu: odmierzyć 100 ml roztworu podstawowego ołowiu do kolby pomiarowej i uzupełnić 4% roztworem kwasu octowego do objętości 1 l.

j) Roztwór porównawczy ołowiu, Nr II, zawierający w 1 ml roztworu 0,02 mg ołowiu: odmierzyć 20 ml roztworu podstawowego ołowiu do kolby pomiarowej i uzupełnić 4% roztworem kwasu octowego do 1 l.

k) Roztwór podstawowy kadmu zawierający w 1 ml roztworu 1 mg kadmu przygotować w następujący sposób:

— odważyć 2,3711 ±0,0002 g octanu kadmowego, rozpuścić w kolbie pomiarowej w 4% roztworu kwasu octowego i uzupełnić tym roztworem do objętości 1 l lub

— rozpuścić 0,9273 g bezwodnego siarczanu kadmowego w około 250 ml 1% roztworu kwasu solnego i rozcieńczyć tym roztworem do objętości 500 ml. Można również stosować wzorcowy roztwór kadmu, występujący w sprzedaży.

l) Roztwór porównawczy kadmu zawierający w 1 ml roztworu 0,01 mg kadmu przygotować w następujący sposób:

10 ml roztworu podstawowego odmierzyć do kolby pomiarowej i uzupełnić 4% roztworem kwasu octowego do 1 l. Trwałość roztworu — 4 tygodnie.

2.3. Aparatura. Spektrofotometr do absorpcji atomowej z lampami z katodą wnękową dla ołowiu i dla kadmu, z czułością oprzyrządowania:

Pb — nie mniej niż 0,50 mg ołowiu na litr, dla 1% absorpcji,

Cd — nie mniej niż 0,05 mg kadmu na litr, dla 1% absorpcji.

Dla wykonywania szybkich analiz pożądanym jest posiadanie czytnika cyfrowego stężeń.

Używany przy oznaczaniach sprzęt laboratoryjny powinien być wykonany ze szkła borokrzemowego.

2.4. Przygotowanie próbek do badań. Próbkę należy umyć w bieżącej ciepłej wodzie o temperaturze około 40°C, przy użyciu miękkiej bawełnianej ściereczki. Tak umyte próbki opłukać wodą destylowaną, a następnie wodą redestylowaną i wysuszyć. Nie należy dotykać rękoma powierzchni, która ma być badana.

2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Ekstrakcja. Ekstrakcję należy prowadzić w temperaturze 22 ±2°C. Napełnić każdą próbkę roztworem testowym (2.2 b) do około 5 mm poniżej punktu przelewu. Zapisać objętość kwasu wziętą dla każdej próbki, z dokładnością do ±2%. Każdą próbkę przykryć całkowicie nieprzezroczystą płytką szklaną (ekstrakcję należy prowadzić w całkowitej ciemności), aby zabezpieczyć przed odparowaniem roztworu oraz uniknięciem kontaktu między przykryciem a roztworem testowym. Jeśli nieprzezroczyste szkło jest nieosiągalne, przykryć szkło folią aluminiową lub innym materiałem zabezpieczającym przed wpływem światła. Ekstrakcję prowadzić w ciągu 24 h ±10 min.

Jeśli spodziewane są straty roztworu ekstrakcyjnego z powodu odparowania, to w odległości 5 mm od brzegu nakrycia należy wykonać znak i po 24 h ekstrat uzupełnić do tego znaku roztworem testowym i wymieszać te roztwory.

2.5.2. Pobieranie próbek roztworu ekstrakcyjnego do badań. Przed pobraniem próbki do badań, zawartość każdego naczynia należy wymieszać tak, aby nie było strat roztworu i ścierania powierzchni badanej próbki; można mieszać pipetą. Roztworu nie należy rozcieńczać. Roztwór przelać do pojemnika (np. mała butelka) ze szkła borokrzemowego. Można nie przelewać całości roztworu. Przeprowadzić analizę jak najszybciej, aby zabezpieczyć przed absorpcją ołowiu i kadmu przez ścianki naczynia. Ważne jest to wówczas, kiedy metale te mogą występować w małym stężeniu. W pozostałych przypadkach oznaczanie ołowiu i kadmu należy przeprowadzić nie później niż w ciągu 24 h od czasu zakończenia ekstrakcji.

2.5.3. Kalibrowanie. Przygotować urządzenie do badań tak, aby uzyskać maksimum czułości dla stężenia ołowiu minimum 0,50 mg/l i stężenie kadmu minimum 0,05 mg/l, wykorzystując pełny potencjał urządzenia. Z roztworów porównawczych ołowiu i kadmu przygotować szereg roztworów roboczych do wykreślania krzywych wzorcowych lub do stosowania techniki różnicowej. W tym celu odmierzyć biuretą z każdego roztworu porównawczego do kolb pomiarowych pojemności 100 ml nie mniej niż 5 stopniowanych objętości między:

— 0 a 25 ml z roztworu porównawczego ołowiu, Nr I,

— 0 a 25 ml z roztworu porównawczego ołowiu, Nr II,

— 0 a 25 ml z roztworu porównawczego kadmu i uzupełnić objętość roztworem 4% roztworu kwasu octowego (2.2 b) do 100 ml.

Otrzymane w ten sposób roztwory robocze zawierają:

— od 0 do 20 mg Pb/l,

— od 0 do 5 mg Pb/l,

— od 0 do 2,5 mg Cd/l.

Na tych roztworach wykonać pomiary, stosując spektrofotometr absorpcji atomowej, z zastosowaniem płomienia acetyleno-powietrznego lub propano-powietrznego i odpowiednią lampę z katodą wnękową:

— oznaczanie ołowiu — przy długości fali λ = = 283,3 nm lub λ = 217,0 nm,

— oznaczanie kadmu — przy długości fali λ = = 228,8 nm.

Przed każdym pomiarem sprawdzić wartość zerową, stosując roztwór kontrolny (4% roztwór testowy 2.2 b) i wszystkie pomiary należy powtarzać nie mniej niż 2 razy.

Na podstawie uzyskanych wyników należy wykreślić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenie badanych roztworów roboczych w miligramach na litr, a na osi rzędnych otrzymane wielkości absorbancji.

Krzywe wzorcowe powinny przedstawiać linię prostą.

2.5.4. Oznaczanie zawartości ołowiu i kadmu. Pomiary roztworów ekstrakcyjnych należy przeprowadzić na spektrofotometrze absorpcji atomowej w tych samych

warunkach, jak przy pomiarach krzywej wzorcowej wg instrukcji załączonej do danego aparatu. Przed każdym pomiarem należy sprawdzić wartość zerową, stosując roztwór kontrolny i wszystkie pomiary prowadzić nie mniej niż 2 razy. Jeśli wielkości pomiarowe znajdują się poza granicami liniowego wykresu krzywej wzorcowej, to roztwory ekstrakcyjne należy odpowiednio rozcieńczyć roztworem testowym (2.2b) tak, aby zmniejszyć stężenie do niższego niż 20 mg/l ołowiu. Podobne czynności stosować przy oznaczaniu kadmu tak, aby zmniejszyć stężenie do niższego niż 2,5 mg/l kadmu. W przypadku niższego stężenia ołowiu niż 0,5 mg/l, a kadmu — niższego niż 0,05 mg/l, należy próbki zatężyć dokładnie odmierzając 50,0 ml roztworu do zlewki pojemności 250 ml i odparować prawie do sucha na łaźni piaskowej, następnie dodać 1 ml kwasu solnego i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 4% roztworze kwasu octowego przez dodanie ściśle 0,1 objętości roztworu wziętego do zatężania, przykryć szkiełkiem zegarkowym i zamieszać do całkowitego rozpuszczenia.

W przypadku stosowania techniki różnicowej oznaczyć przybliżoną zawartość kadmu i ołowiu w roztworze ekstrakcyjnym stosując przygotowane roztwory robocze wg 2.5.3; ten sposób może być stosowany przy użyciu każdego dostępnego przyrządu odczytującego (czytnika). Urządzenie uśredniające, jeśli jest w składzie czytnika, zredukuje efekty hałasu tła i poprawi zarówno dokładność, jak i precyzję oznaczania.

2.6. Obliczanie wyników

2.6.1. Technika krzywej wzorcowej. Odczytać zawartość ołowiu lub kadmu bezpośrednio z krzywej wzorcowej lub z czytnika.

2.6.2. Technika różnicowa. Zawartość ołowiu lub kadmu (C_o) wyrażoną w mg/l roztworu ekstracyjnego obliczyć wg wzoru

$$C_o = \frac{A_o - A_1}{A_2 - A_1} \cdot (C_2 - C_1) + C_1 \qquad (1)$$

w którym:

A_o — absorbancja ołowiu lub kadmu w roztworze ekstrakcyjnym,

A_1 — absorbancja ołowiu lub kadmu w roztworze różnicowym o niższej zawartości,

A_2 — absorbancja ołowiu lub kadmu w roztworze różnicowym o wyższej zawartości,

C_1 — zawartość ołowiu lub kadmu w roztworze różnicowym o niższej zawartości, mg/l,

C_2 — zawartość ołowiu lub kadmu w roztworze różnicowym o wyższej zawartości, mg/l.

Jeśli roztwór ekstrakcyjny był rozcieńczany lub zatężany (2.5.4), należy stosować odpowiednie współczynniki przeliczeniowe.

2.6.3. Zawartość ołowiu lub kadmu uwolnionego z naczyń płaskich (a_o) obliczyć w mg/dm^2 wg wzoru

$$a_o = \frac{C_o \cdot V}{A_R} \qquad (2)$$

w którym:

C_o — zawartość ołowiu lub kadmu w roztworze ekstrakcyjnym (2.6.1 lub 2.6.2), mg/l,

V — objętość napełnienia każdej próbki, l,

A_R — powierzchnia pola próbki, dm^2.

2.6.4. Zawartość ołowiu lub kadmu uwolnionego z naczyń drążonych (a_1) w mg/l wynosi

$$a_1 = C_o \qquad (3)$$

w którym:

C_o — zawartość ołowiu lub kadmu w roztworze ekstrakcyjnym (2.6.1 lub 2.6.2), mg/l.

W przypadku gdy roztwory były rozcieńczane lub zatężane, dla wykonania pomiarów w odcinku liniowym krzywej wzorcowej, należy uwzględnić współczynnik przeliczeniowy wg wzoru

$$C_o = C_1 \cdot f \qquad (4)$$

w którym:

C_1 — stężenie rozcieńczonego lub zatężonego roztworu ołowiu lub kadmu, mg/l,

f — współczynnik przeliczeniowy równy $\frac{V_2}{V_1}$, w przypadku rozcieńczania roztworu lub $\frac{V_3}{V_4}$, w przypadku zatężania roztworu,

V_1 — objętość badanego roztworu wziętego do rozcieńczania, l,

V_2 — objętość badanego roztworu rozcieńczanego, l,

V_3 — objętość roztworu rozcieńczonego po zatężeniu, l,

V_4 — objętość roztworu wziętego do zatężania, l.

2.6.5. Wynik. Dla naczyń drążonych, w przypadku zawartości ołowiu, wynik należy podawać z dokładnością do 0,1 mg/l, a dla — kadmu z dokładnością do 0,01 mg/l.

Dla naczyń płaskich, w przypadku zawartości ołowiu, wynik należy podawać z dokładnością do 0,1 mg Pb/dm^2, a w przypadku kadmu — z dokładnością do 0,01 mg Cd/dm^2.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/7020-01

a) wprowadzono podział naczyń ceramicznych w zależności od ich kształtu i pojemności,

b) wprowadzono sposób obliczania i podawania wyników w zależności od techniki wykonywania oznaczania,

c) wprowadzono sposób przeprowadzania ekstrakcji ołowiu i kadmu, zgodny z normami międzynarodowymi.

3. Normy międzynarodowe i zagraniczne

ISO 6486/1-1981 Ceramic ware in contact with food-Release of lead and cadmium — Part 1: Method of test

RWPG CT 3356-81 Посуда фарфоровая бытовая. Метод определения выделения свинца и кадмия — norma zgodna z wyjątkiem:

a) różnicy w objętości napełniania naczyń (jest 5 mm od górnego przelewu, wg CT СЭВ — jest 1 mm),

b) norma rozszerzona o metodę spektrofotometrii różnicowej.

USA ASTM C 738-81 Test method for lead and cadmium extracted from gtazed ceramic surfaces

4. Projekt normy branżowej przygotowały — inż. Bogumiła Andrusieczko i mgr inż. Maria Francke — Instytut Szkła i Ceramiki, Warszawa.