

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

СОГЛАСОВАНО
Заместитель директора ГП
«Центр эталонов, стандартизации и метрологии»
В.П. Лобко

8 февраля 1999 г.

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный
санитарный врач Республики
Беларусь, заместитель министра
здравоохранения
В.П. Филонов



30 марта 1999 г.
Регистрационный № 127-9712

СОГЛАСОВАНО
Главный метролог Минздрава
Республики Беларусь
Е.В. Бондаренко

5 февраля 1998 г.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФТОРА В ЗУБНЫХ ПАСТАХ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Минск 1999

Учреждение-разработчик: Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт

Авторы: канд. хим. наук Н.И. Марусич, канд. хим. наук Л.М. Кремко, Т.М. Скирденко

Рецензенты: В.Г. Жуковский, канд. хим. наук В.Ф. Новицкий

Методика выполнения измерений концентраций фтора в зубных пастах потенциометрическим методом основана на измерении разности потенциалов в цитратно-этанольном буферном растворе, возникающей между измерительным фторид-селективным и вспомогательным хлорсеребряным электродами, зависящей от концентрации фторид-ионов.

Методика предназначена для учреждений санэпиднадзора Министерства здравоохранения Республики Беларусь, научно-исследовательских работ, связанных с определением фтора в зубных пастах.

Методика утверждена Министерством здравоохранения Республики Беларусь в качестве официального документа.

Оглавление

1. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ВЕЩЕСТВА	4
2. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ	5
3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ	6
3.1. Средства измерений	6
3.2. Вспомогательные устройства	7
3.3. Реактивы	8
4. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ	9
5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	10
6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА	11
7. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ	12
8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ	13
8.2. Подготовка к работе фторидного электрода	13
8.3. Подготовка к работе вспомогательного электрода	13
8.4. Подготовка к работе иономера	14
8.5. Приготовление растворов	14
8.7. Отбор и подготовка проб	18
9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	20
10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ	21
11. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МВИ	22
ПРИЛОЖЕНИЕ	26

Настоящая методика выполнения измерений (МВИ) устанавливает потенциометрическую методику количественного химического анализа проб зубных паст, не содержащих алюминия и железа, для определения в них фтора в пределах концентраций от 25,0 до 2500,0 мг/кг.

1. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ВЕЩЕСТВА

В зубные пасты фтор вводится в основном в виде фтористого натрия NaF, монофторфосфата натрия $\text{Na}_2\text{PO}_3\text{F}$ или в комбинированном виде.

NaF содержит 45,2% фтора, $M = 41,99$, растворим в воде, при 20°C растворимость составляет 4,28 г/100 см³.

$\text{Na}_2\text{PO}_3\text{F}$ содержит 13,2% фтора, $M = 144,0$, растворим в воде. Растворимость при 20°C составляет примерно $M = 19,5$ г/100 см³.

Допустимый уровень содержания фтора в зубных пастах составляет 1500 мг/кг (Санитарные правила и гигиенические нормативы безопасности парфюмерно-косметической продукции. СанПин 10-33-95 МЗ РБ, Минск).

2. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

МВИ концентраций фтора в зубных пастах обеспечивает выполнение измерений с суммарной погрешностью, не превышающей $\pm 12,7\%$ отн. при доверительной вероятности 0,95 в диапазоне концентраций 25,0–2500,0 мг/кг. Степень обнаружения фтора составляет 93,9%.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений

Иономер типа ЭВ-74	ГОСТ 9763-67 группа 1
или	ГОСТ 22261-76 группа 2
высокоомный рН-метр, рН-121	ГОСТ 15150-69
или другой модели, предназначенный для работы с ион-селективными электродами	
Весы аналитические ВЛР-200М	
или АДВ-200М	ГОСТ 24104-88
Весы технические, Т-200	Завод весоизмерительных приборов (София, Болгария)
Меры массы Г-2-210	ГОСТ 7328-65 или Г-2-210 ГОСТ 7328-82 Г-4-1111.10 ГОСТ 7328-82
Пипетки 1-2-1, 2-2-10, 2-2-20	ГОСТ 29169-91 ГОСТ 29227-91
Колбы мерные объемом 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770-74
Электрод фторидный типа ЭФ-VI, или другого подобного типа	ТУ 6-08-487

Термометр погружной
контактный марки ТПК-М
с диапазоном измеряемой
температуры 0 – 200°С
Цилиндр мерный 3-250

ГОСТ 9871-75
ГОСТ 1770-74

3.2. Вспомогательные устройства

Электрод вспомогательный
лабораторный ЭВЛ-1МЗ
Воронки химические В-75-110 ХС
Стаканы химические ВН-50, ВН-100
Мешалка магнитная
Сосуды полиэтиленовые вместимостью
100 и 1000 см³
Баня водяная лабораторная с
электрическим и огневым подогревом
Шкаф сушильный электрический
круглый 2В-151
Бумага фильтровальная
Бумага индикаторная
универсальная, рН 1-10
Палочки стеклянные
Плитка электрическая ЭПЧ-1,1,2/220

ТУ 25.05.2181-77
ГОСТ-25336-82
ГОСТ 19908-80

ТУ 64-1-2850-80

ТУ 64-1-1411-76

ТУ 6-09-1181-76

ГОСТ 14919-83

3.3. Реактивы

Натрий фтористый, ч.д.а.

ГОСТ 4463-76

Натрий лимоннокислый

трехзамещенный, ч.д.а.

ГОСТ 22280-76

Спирт этиловый ректификованный

ГОСТ 5962-67

Кислота соляная, х.ч.

ГОСТ 3118-77

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709-72

Калий хлористый, х.ч.

ГОСТ 4234-77

Натрия гидроксид, ч.д.а.

ГОСТ 4328-77

Допускается использование посуды и приборов с метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не ниже указанных в методике.

4. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Для определения концентраций фтора используется потенциометрический метод, основанный на измерении разности потенциалов в цитратно-этанольном буферном растворе, возникающей между измерительным фторид-селективным и вспомогательным хлорсеребряным электродами, зависящей от активности (концентрации) фторид-ионов.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений концентраций фтора в зубных пастах соблюдают требования безопасности, изложенные в инструкции «Основные правила безопасной работы в химических лабораториях». М.: Химия, 1979 и Паспорте к иономеру.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие работу на иономере-рН-метре и настоящую методику.

7. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$
- атмосферное давление 84,0–106,7 кПа
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25°C .

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка измерительной и вспомогательной аппаратуры, приготовление растворов, градуировка прибора, отбор и подготовка проб к измерениям.

8.2. Подготовка к работе фторидного электрода

Новый фторидный электрод следует предварительно выдержать погруженным в раствор фтористого натрия с концентрацией $0,001$ моль/дм³ в течение суток, затем тщательно промыть дистиллированной водой. Электрод готов к работе. Между определениями электрод хранят согласно Паспорту.

8.3. Подготовка к работе вспомогательного электрода

Перед эксплуатацией осторожным вывинчиванием из электрода удаляют пробку, промывают электрод дистиллированной водой и заливают насыщенным при 20°C раствором хлористого калия. Заполненный хлористым калием электрод погружают в насыщенный раствор хлористого калия и выдерживают в нем 48 часов. После вымачивания верхнее отверстие электрода закрывают пробкой, электрод промывают дистиллированной водой, на нижнюю часть электрода (электролитический ключ) надевают колпачок.

8.4. Подготовка к работе иономера

Перед началом работы прибор и магнитную мешалку заземляют. Подготовленные к работе измерительный и вспомогательный электроды укрепляют на подставку, опускают в раствор фтористого натрия концентрации $0,0001$ моль/дм³ подключают к гнездам прибора соответственно «Изм» и «Всп». Проверяют и при необходимости ручкой «Температура раствора» (для иономера ЭВ-74) устанавливают механический нуль показывающего прибора. Переключатели прибора устанавливают в положение «t°» и «-1-4», после чего включают прибор в сеть и прогревают его в течение 30 минут. Во всех случаях, когда измерение непосредственно не производится, должна быть нажата кнопка «t°».

8.5. Приготовление растворов

8.5.1. Приготовление основного стандартного раствора фтористого натрия с концентрацией $1 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³

Для приготовления основного стандартного раствора фторида натрия используют фторид натрия, предварительно высушенный в сушильном шкафу при $105 \pm 1^\circ\text{C}$ до постоянной массы. $4,1990$ г фтористого натрия, взвешенные с точностью $\pm 0,0002$ г, порциями дистиллированной воды объемом по 20 см³ количественно переносят в мерную колбу объемом 1000 см³. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки при комнатной температуре. Этот раствор имеет $rF=1$ (массовую концентрацию фторид-иона 1900 мг/дм³).

Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой в холодильнике. Срок хранения 6 месяцев (ГОСТ 4386-89).

8.5.2. Приготовление рабочих градуировочных растворов фтористого натрия концентрацией $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³

Для приготовления $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ раствора фтористого натрия 1 см³ основного стандартного раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 см³ в мерной колбе. Этот раствор имеет значение $pF = 3$ (массовую концентрацию фторид-иона 19 мг/дм³).

$1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ раствор фтористого натрия готовят разбавлением 10 см³ $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ раствора до 100 см³ дистиллированной водой в мерной колбе. Этот раствор имеет значение $pF = 4$ (массовую концентрацию фторид-иона 1,9 мг/дм³).

Для приготовления $1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ раствора фтористого натрия 1 см³ $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 см³ в мерной колбе. Данный раствор имеет значение $pF=5$ (массовую концентрацию фторид-иона 0,19 мг/дм³).

Все рабочие градуировочные растворы готовят в день анализа и хранят в полиэтиленовой посуде.

8.5.3. Приготовление цитратно-этанольного буферного раствора лимоннокислого натрия концентрацией 0,2 моль/дм³ и массовой долей этанола 10% (рН = 5,6 ± 0,2)

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 142,88 г натрия лимоннокислого трехзамещенного, приливают 500 см³ дистиллированной воды, растворяют соль, добавляют 13,0 см³ концентрированной соляной кислоты и 100 см³ этанола. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. рН раствора проверяют потенциометрически и, если необходимо, доводят до требуемого значения ($5,6 \pm 0,2$ рН) раствором соляной кислоты с концентрацией 2 моль/дм³ или гидроокиси натрия с массовой концентрацией 40%. Срок хранения раствора 6 месяцев. Раствор хранят в холодильнике.

8.5.4. Приготовление насыщенного раствора хлористого калия

Для приготовления насыщенного при 20°C раствора хлористого калия 35 г безводной соли растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Избыток кристаллов должен оставаться на дне сосуда.

8.5.5. Приготовление раствора соляной кислоты концентрацией 2 моль/дм³ (2н)

170,7 см³ концентрированной соляной кислоты ($d = 1,18$) отмеривают мерным цилиндром и переносят в мерную колбу объемом 1000 см³. Объем доводят до метки дистиллированной водой.

8.5.6. Приготовление 40% раствора гидроксида натрия

40 г гидроксида натрия взвешивают в химическом стакане на технических весах, прибавляют 60 см³ дистиллированной воды. Раствор перемешивают. Хранят в полиэтиленовой посуде.

8.6. Градуировка иономера

Градуировку прибора проводят в день проведения анализа путем настройки его показаний на значения, соответствующие концентрациям градуировочных растворов. Измерения выполняют в единицах $pF (-\lg C_F)$. На приборе при установленном диапазоне -1-4 показания шкалы соответствуют $1 = 1pF = 1 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³ F⁻; $2 = 2pF = 1 \cdot 10^{-2}$ моль/дм³ F⁻; $3 = 3pF = 1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ F⁻; $4 = 4pF = 1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ F⁻. При переходе на диапазон 4-9 (шкала 0-5) показание $0 = 4pF = 1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ F⁻; $1 = 5pF = 1 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ F⁻; $2 = 6pF = 1 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ F⁻.

Для измерения pF (отрицательный логарифм концентрации фторид-ионов) на иономере пипеткой на 20 см^3 отбирают градуировочные растворы и вносят их в измерительные ячейки (стаканчики). К этим растворам добавляют по 10 см^3 пипеткой на 10 см^3 буферного раствора для создания постоянной ионной силы раствора. Одну концентрацию фторид-иона обрабатывают в трех повторностях.

Таким образом готовят три серии градуировочных растворов. Электроды, укрепленные на подставке, погружают в дистиллированную воду. На приборе нажимают кнопку диапазона 4–9 и pX , включают магнитную мешалку и отмывают электроды до $pF = 6$. Между определениями на приборе нажимают кнопку « t° ». Электроды просушивают фильтровальной бумагой и погружают в первый градуировочный раствор с концентрацией $1 \cdot 10^{-5}$ моль/ дм^3 . После установления равновесного потенциала ручкой «калибровка» стрелку прибора устанавливают на «1», что соответствует $5pF$.

После промывания дистиллированной водой и просушивания фильтровальной бумагой электроды опускают во второй градуировочный раствор с концентрацией $1 \cdot 10^{-3}$ моль/ дм^3 ($pF = 3$). На приборе нажимают кнопку диапазона -1–4 и кнопку pX . Ручкой «крутизна» стрелку прибора устанавливают на «3» шкалы -1–4. Третий раствор с концентрацией $1 \cdot 10^{-4}$ моль/ дм^3 ($pF = 4$) является проверочным. Показание прибора при его измерении в диапазоне -1–4 должно быть равно «4», а в диапазоне 4–9 — «0».

Настройку прибора осуществляют последовательным приближением стрелки прибора к указанным показаниям путем измерения pF для второй и третьей шкалы градуировочных растворов.

При выполнении измерений необходимо следить за тем, чтобы на поверхности мембраны фторидного электрода не налипали пузырьки воздуха. В случае налипания их устраняют путем промокания фильтровальной бумагой.

Время установления равновесного потенциала выдерживают согласно указанному в паспорте к электроду.

Процедуру настройки последовательно повторяют для трех серий градуировочных растворов.

В случаях, когда настройку прибора выполнить не удастся, т.е. не соблюдается изменение потенциала при переходе от раствора к раствору на 56 ± 3 мВ, и соответственно изменение рF на 1, фторидный электрод следует регенирировать вымачиванием в $1 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ растворе фтористого натрия в течение суток, а затем тщательно отмыть дистиллированной водой и повторить настройку прибора.

8.7. Отбор и подготовка проб

8.7.1. Отбор проб проводят согласно ГОСТу 7983-82 «Пасты зубные. Общие технические требования»

Для подготовки проб к анализу 10–20 г зубной пасты из тюбика переносят в полиэтиленовый стакан, хорошо перемешивают. На аналитических весах взвешивают химический стакан объемом 100 см³ с точностью $\pm 0,0002$ г, вносят навеску пасты около 1 г, отмечают вес пасты. Так как фтор может быть введен в зубные пасты в виде фторида натрия, монофторфосфата натрия или в виде смеси этих ингредиентов, подготовку проб к анализу ведут следующим образом:

8.7.2. Подготовка проб зубной пасты к определению фтора при введении его в виде фторида натрия

К навеске пасты ~1 г добавляют 50 см³ дистиллированной воды, смесь гомогенизируют на магнитной мешалке или вручную при перемешивании стеклянной палочкой, переносят в мерную колбу объемом 250 см³. Стаканчик многократно смывают дистиллированной водой. Смывные воды сливают в мерную колбу, объем доводят дистиллированной водой до метки. Раствор перемешивают, осадку дают осесть на дно.

8.7.3. Подготовка проб зубной пасты к определению фтора при введении его в виде монофтор-фосфата натрия, смеси фторида и монофторфосфата натрия, при отсутствии указаний на эти-кетке о виде фтористого соединения

К навеске пасты ~1 г (п. 8.7.1.) прибавляют 20 см³ дистиллированной воды, смесь гомогенизируют. Для выделения фтора в виде фтор-иона из иона PO₃F²⁻, содержащего фтор в связанном виде, к гомогенизату прибавляют 20 см³ соляной кислоты концентрацией 2 моль/дм³ (2 н), прикрывают стакан часовым стеклом и нагревают на кипящей водяной бане 10 мин. После охлаждения до комнатной температуры смесь в стакане нейтрализуют 40% раствором гидроксида натрия по индикаторной бумаге до нейтральной реакции. Нейтрализованный раствор переносят в мерную колбу объемом 250 см³. Стакан многократно смывают дистиллированной водой, сливая смывы в мерную колбу. Объем доводят дистиллированной водой до метки.

Каждую пробу зубной пасты готовят в трех повторностях.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений концентраций фтора проводят следующие операции: для измерения pF (отрицательный логарифм концентрации фторид-ионов) на иономере пипеткой на 20 см^3 отбирают растворы зубных паст, подготовленные по п. 8.7.1. или 8.7.2. и вносят их в измерительные ячейки (стаканчики). К этим растворам добавляют по 10 см^3 пипеткой на 10 см^3 буферного раствора. Температура полученного раствора не должна отличаться от температуры градуировочных растворов более, чем на $\pm 2^\circ\text{C}$, в противном случае растворы надо подогреть или охладить до требуемой температуры. В измерительную ячейку с пробой погружают магнит от магнитной мешалки и тщательно промытые дистиллированной водой до $pF = 6$ фторидный и вспомогательный электроды. На приборе нажимают кнопку диапазона — 1–4 и pX . При перемешивании раствора магнитной мешалкой через 3–10 минут снимают показания pF . В случае, если стрелка прибора выходит за пределы «4», нажимают конопку диапазона -4–9 и проводят измерение. Такие операции проводят для каждой из трех параллельно подготовленных проб.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Полученные показания иономера в единицах рF сравнивают с таблицей пересчета значений рF в мг/дм³ фторидов (Приложение) и находят концентрацию фтора в мг/дм³.

Расчет содержания фтора в мг/кг пасты ведут по формуле:

$$C \text{ (мг/кг)} = \frac{A \times 250 \times 1000 \times 100}{1000 \times m \times 93,9},$$

где A — концентрация фтора в полученном водном растворе зубной пасты, мг/дм³;

m — навеска пасты, взятая для анализа, г;

250 — объем раствора зубной пасты, см³;

1000 (числитель) — коэффициент для пересчета содержания фтора в 1 кг пасты;

93,9 — степень обнаружения фтора в пастах, %;

100 — коэффициент, учитывающий полное содержание фтора в зубной пасте, %;

1000 (знаменатель) — коэффициент, переводящий 1 дм³ в см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, расхождение между максимальным и минимальным результатами которых не должно превышать 21,7% по отношению к среднему значению.

Гарантированный результат анализа представляют в следующем виде:

$$C = C_{\text{cp}} \pm \Delta \text{ МВИ},$$

где Δ МВИ — суммарная погрешность результатов измерения, равная 12,7%.

Для перевода в абсолютные единицы применяют формулу:

$$\Delta = \frac{12,7 \times C_{\text{cp}}}{100}$$

11. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МВИ

Внутренний оперативный контроль (ВОК) показателей качества результатов измерений концентраций фтора в зубных пастах потенциометрическим методом осуществляют с целью получения оперативной информации о качестве этих анализов и принятия при необходимости оперативных мер по его повышению. ВОК осуществляют по двум показателям: сходимость параллельных измерений, точность (погрешность) результатов анализа.

11.1. ВОК сходимости результатов параллельных определений фтора в зубных пастах проводят путем сравнения расхождения между максимальным и минимальным результатами, выраженного в процентах по отношению к среднему значению, с нормативом ВОК сходимости — d , равным — 21,7% (см. табл.).

Нормативы оперативного контроля для МВИ концентраций фтора в зубных пастах

Норматив сходимости результатов параллельных определений, %	Точность (погрешность) результатов анализа, %
21,7	12,7

$$d_k = \frac{(C_{\max} - C_{\min}) \times 100}{C_{\text{ср}}} \leq d,$$

где d — норматив сходимости параллельных определений, %;

d_k — найденное расхождение между максимальным и минимальным результатами, %;

C_{\max} — максимальный результат измерения, мг/кг;

C_{\min} — минимальный результат измерения, мг/кг;

$C_{\text{ср}}$ — среднее арифметическое значение результатов трех параллельных измерений, мг/кг.

Если $d_k \leq d$, то сходимость результатов параллельных измерений признают удовлетворительной, и по ним может быть вычислен результат содержания фтора в зубной пасте.

При превышении норматива ВОК сходимости измерений эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их. Допустимые расхождения между параллельными определениями должны соблюдаться для каждого измерения.

11.2. ВОК точности (погрешности) осуществляют в течение квартала. Средством контроля является основной стандартный раствор фтористого натрия с концентрацией $1 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³ (1900 мгF/дм³), приготовленный по п. 8.5.1. методики. 0,25 см³ раствора пипеткой 4(5)-2-1 вносят в химический стакан ВН-100, пипетками 2-2-20 и 4(5)-2-1 прибавляют 20,75 см³ дистиллированной воды и 20,0 см³ раствора соляной кислоты с концентрацией 2 моль/дм³ (2н).

Далее обработку раствора проводят по п. 8.7.2. методики и выполняют измерение содержания фтора по п. 9 методики.

Показание иономера сравнивают с таблицей пересчета значений рF в мг/дм³ фторидов (Приложение).

Расчет содержания фтора в основном стандартном растворе, использованном для контроля, ведут по формуле:

$$C \text{ (мг/дм}^3\text{)} = \frac{A \times 1000 \times 100}{93,9},$$

где C — концентрация фтора в основном стандартном растворе, мг/дм³;

A — концентрация фтора в полученном водном растворе, найденная по таблице пересчета, мг/дм³;

1000 — коэффициент, учитывающий разбавление основного стандартного раствора;

93,9 — степень обнаружения фтора в зубных пастах, %;

100 — коэффициент, учитывающий полное содержание фтора в зубных пастах, %.

Градуировочный раствор готовят в трех повторностях с контролем допустимых расхождений между параллельными определениями.

Единичные контрольные измерения выполняют в одной серии с рабочими пробами зубных паст. Равномерно, в течение всего контролируемого периода, выполняют n ($n \leq 10$) его измерений и рассчитывают среднее арифметическое значение концентрации фторид-иона из n измерений:

$$C_{\text{ср}} = \frac{\sum C_i}{n}$$

Точность контрольного измерения, а также точность результатов определения фтора в зубных пастах, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа принимают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольного измерения, признают удовлетворительной, если $K_k < K$ ($K = 12,7\%$, табл.).

$$K_k = \frac{IC_{cp} - CI \times 100}{n} < K,$$

где C_{cp} — среднее значение найденного содержания фторид-иона в основном стандартном растворе;

C — исходное содержание фторид-иона в основном стандартном растворе;

K — норматив ВОК точности (табл.).

Таблица пересчета ρF в $\text{мг}/\text{дм}^3$ фторидов

ρF	$\text{мг}/\text{дм}^3$												
5,28	0,10	4,86	0,26	4,54	0,55	4,22	1,15	3,90	2,39	3,58	4,99	3,26	10,45
5,24	0,11	4,84	0,27	4,52	0,57	4,20	1,20	3,88	2,50	3,56	5,23	3,24	10,93
5,20	0,12	4,82	0,28	4,50	0,60	4,18	1,26	3,86	2,62	3,54	5,47	3,22	11,46
5,16	0,13	4,80	0,29	4,48	0,63	4,16	1,31	3,84	2,76	3,52	5,74	3,20	11,99
5,13	0,14	4,78	0,32	4,46	0,66	4,14	1,38	3,82	2,87	3,50	6,00	3,18	12,56
5,10	0,15	4,76	0,33	4,44	0,69	4,12	1,44	3,80	2,90	3,48	6,29	3,16	13,15
5,07	0,16	4,74	0,35	4,42	0,72	4,10	1,51	3,78	3,15	3,46	6,59	3,14	13,78
5,04	0,17	4,72	0,36	4,40	0,76	4,08	1,58	3,76	3,31	3,44	6,89	3,12	14,42
5,02	0,18	4,70	0,38	4,38	0,79	4,06	1,65	3,74	3,46	3,42	7,22	3,10	15,09
5,00	0,19	4,68	0,40	4,36	0,83	4,04	1,73	3,72	3,63	3,40	7,56	3,08	15,81
4,98	0,20	4,66	0,42	4,34	0,87	4,02	1,81	3,70	3,80	3,38	7,92	3,06	16,55
4,96	0,21	4,64	0,44	4,32	0,92	4,00	1,90	3,68	3,97	3,36	8,30	3,04	17,33
4,94	0,22	4,62	0,46	4,30	0,95	3,98	2,00	3,66	4,16	3,34	8,68	3,02	18,15
4,92	0,23	4,60	0,48	4,28	1,00	3,96	2,09	3,64	4,35	3,32	9,10	3,00	19,00
4,90	0,24	4,58	0,50	4,26	1,05	3,94	2,19	3,62	4,56	3,30	9,52		
4,88	0,25	4,56	0,52	4,24	1,09	3,92	2,28	3,60	4,77	3,28	9,975		