ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ИЗДЕЛИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКИЕ

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА

ГОСТ 29188.6—91

Издание официальное

БЗ 11—12—91/1243

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.58.001.4:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ИЗДЕЛИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКИЕ

Газохроматографический метод определения этилового спирта

Perfumery and cosmetics Method for determination of ethyl alcohol by gas chromatography

ГОСТ 29188.6—91

ОКСТУ 9150

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на парфюмерно-косметические изделия и устанавливает газохроматографический метод определения этилового спирта в парфюмерно-косметических жидкостях, содержащих спирт.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый с детектором по теплопроводности (для анализа духов и одеколонов) и ионизации в пламени (для анализа лосьонов, шампуней, средств для завивки волос, эликсиров и других), обеспечивающий работу в режиме 50—300°С.

Колонка газохроматографическая спиральная из нержавеющей стали длиной 200 см, внутренним диаметром 0,3 см.

Микрошприц типа МШ-1 или Газохром-101, вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³ (1 мкл) с ценой деления $0{,}02 \cdot 10^{-3}$ см³ (0,02 мкл).

Микрошприц типа МШ-10, вместимостью $1 \cdot 10^{-2}$ см³ (10 мкл) с ценой деления $0{,}2 \cdot 10^{-3}$ см³ (0,2 мкл).

Интегратор цифровой автоматический для обработки хроматограмм типа И-02.

Азот, сжатый в баллоне, по ГОСТ 9293 — газ-носитель для детектора ионизации в пламени.

Гелий газообразный высшей очистки марки А по ТУ 51—940 — газ-носитель для детектора по теплопроводности.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022 или электролитический, получаемый от генератора водорода типа СГС-2.

Воздух технический по ГОСТ 17433.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Полисорб-1 с частицами размером 0,1—0,3 мм по ТУ 6—09—10—1834 — насадка.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или ГОСТ 18300, чистоту определяют хроматографически с детектором по теплопроводности.

Толуол по ГОСТ 5789.

Эфир этиловый медицинский.

Спирт пропиловый по ТУ 6—09—4344, чистоту определяют хроматографически — внутренний эталон.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Вакуумный насос с разрежением до 2,6—3,5 Па (15—20 мм рт. ст.).

Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые по ГОСТ 9147.

Колба Кн 1—50—14/23 ТС ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Приготовление насадки

Насадку насыпают в фарфоровую чашу и прокаливают в сушильном шкафу при 180°С в течение 3 ч.

2.2. Приготовление колонки

Колонку перед заполнением промывают последовательно толуолом, ацетоном, водой, этиловым спиртом и этиловым эфиром.

Заполнение колонки насадкой осуществляют по ГОСТ 14618.5 разд. 2.

Количество насадки, израсходованное на заполнение колонки, составляет (4,6±0,2) г.

Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

2.3. Приготовление пробы

2.3.1. Для определения относительного калибровочного коэффициента (K) пробу готовят следующим образом: взвешивают 0,5—1,0 г этилового спирта в колбе с пришлифованной пробкой и добавляют к нему примерно равное количество пропилового спирта (эталона). Результаты взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

2.3.2. Для определения массовой доли этилового спирта пробу готовят аналогичным образом (п. 2.3.1), добавляя к анализируе-

мому образцу пропиловый спирт (эталон) в количестве примерно равном определяемому компоненту.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Условия работы хроматографа:

температура термостата, °С	130
температура испарителя, °С	200
Для детектора по теплопроводности:	
температура детекторного блока, °С	200
ток моста, мА	120
газ-носитель	гелий
Для детектора ионизации в пламени:	
предел измерения по току, А	5×10^{-8}
газ-носитель	азот
Объемный расход газа-носителя, см³/мин	40
Объемный расход водорода, см³/мин	60
Объемный расход воздуха, см³/мин	300
Скорость движения ленты самописца, мм/ч	240
Объем пробы, см³	$0{,}6\cdot10^{-3}$—$1{,}0\cdot10^{-3}$

Для определения калибровочного коэффициента готовят две искусственные смеси (п. 2.3.1) и каждую из них хроматографируют 10 раз.

Для проведения испытания готовят две пробы анализируемого образца (п. 2.3.2) и каждую из них хроматографируют три раза.

Пробы анализируемого образца вводят в хроматографическую колонку микрошприцем через испаритель, прокалывая резиновую мембрану. Иглу шприца вводят на полную длину и быстро впрыскивают такое количество, чтобы пики основных продуктов занимали на хроматограмме не менее $^2/_3$ ширины бумаги (черт. 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Площадь пика на хроматограмме измеряют автоматическим цифровым интегратором.

Массовую долю этилового спирта (C) в процентах методом «внутреннего эталона» вычисляют по формуле

$$C=\frac{m_{эт}\cdot S\cdot K}{m\cdot S_{эт}}\cdot 100,$$

где m — масса анализируемого образца, г;

$m_{эт}$ — масса внутреннего эталона с учетом чистоты, г;

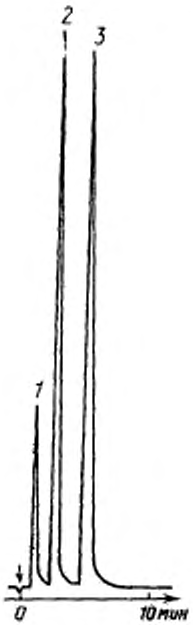
S — площадь пика этилового спирта;

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона;

K — относительный калибровочный коэффициент, вычисляемый по формуле

$$K=\frac{m_1\cdot S_{эт}}{m_{эт}\cdot S},$$

Хроматограмма образца духов (детектор по теплопроводности)



1—вода; *2* этиловый спирт; *3*— пропиловый спирт (эталон)

Черт. 1

Хроматограмма образца лосьона (детектор ионизации в пламени)



1—этиловый спирт, *2*· пропиловый спирт (эталон)

Черт. 2

где m_1 — масса этилового спирта, с учетом чистоты, г.

Ориентировочное значение относительного калибровочного коэффициента:

1,32 — для детектора ионизации в пламени;

0,92 — для детектора по теплопроводности.

Допускаемое расхождение между результатами определения относительного калибровочного коэффициента не должно превышать 0,02.

Массовая доля «внутреннего эталона» — 5—90% в зависимости от содержания этилового спирта в анализируемом образце.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 1%, границы относительной погрешности измерений ±2,5% при доверительной вероятности $P=0,95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством медицинской промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

С. А. Войткевич, канд. хим. наук; **А. Б. Скворцова**, канд. хим. наук; **М. М. Щедрина**, канд. хим. наук; **Н. Я. Зырянова**; **Н. Н. Калинина**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР 24.12.91 № 2061

3. **СРОК ПРОВЕРКИ** — III кв. 1977 г., периодичность проверки— 5 лет

4. **ВВЕДЕН** взамен ГОСТ 17236—71 в части п. 3.10, ГОСТ 17056—71 п. 3.9

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 2603—79	1
ГОСТ 3022—80	1
ГОСТ 5789—78	1
ГОСТ 5962—67	1
ГОСТ 9147—80	1
ГОСТ 9293—74	1
ГОСТ 14618.5—78	2
ГОСТ 17433—80	1
ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 25336—82	1
ТУ 51—940—80	1
ТУ 6—09—10—1834—88	1
ТУ 6—09—4344—77	1

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *И. Л. Асауленко*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в печ. 16.03.92. Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,32. Тир. 403 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 826