

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

изделия косметические

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОЙ И СВЯЗАННОЙ ЩЕЛОЧИ

ГОСТ 29188.5-91

Издание официальное

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР Москва



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

изделия косметические

Методы определения свободной и связанной щелочи

Cosmetics. Methods for determination of free and tied alkali

ГОСТ 29188.5—91

OKCTY 9150

Дата введення 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на косметические изделия и устанавливает методы определения щелочи:

общей (суммы свободной и связанной);

свободной и связанной;

свободной в продуктах, содержащих карбонаты кальция и маг-

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

Отбор проб -- по ГОСТ 29188.0.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ (СУММЫ СВОБОДНОЙ И СВЯЗАННОЙ) ЩЕЛОЧИ

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании водорастворимой щелочи раствором кислоты в присутствии индикатора метилового оранжевого.

2.2. Аппаратура и реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации с интервалом температур 0—100°С и ценой деления 1°С.

Колба П-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-25 (100) по ГОСТ 1770.

Издание официальное

С Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР Бюретка 1 (3) -- 2-50--0,1 по ГОСТ 20292.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации

c (HCl) = 0.1 моль/дм³, приготовление по ГОСТ 25794.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой додей индикатора 0,1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

2.3. Проведение испытания

В плоскодонной кодбе взвешивают от 1 до 5 г продукта, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, приливают 100 см³ горячей воды температурой 80—100°С, встряхивают, а затем после охлаждения до комнатной температуры прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты до изменения желтой окраски в розовую.

2.4. Обработка результатов

Массовую долю общей шелочи (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot M}{m \cdot 100}$$

где V — объем точно 0.1 моль/дм⁸ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи, см³;

М — молярная масса эквивалента щелочи;

т — масса навески вещества, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0.3% для продуктов с массовой долей щелочи до 2.0%; интервал суммариой погрешности измерения $\pm 0.2\%$ при доверительной вероятности P=0.95.

з. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОЙ И СВЯЗАННОЙ ЩЕЛОЧИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на последовательном титровании испытуемого продукта раствором кислоты: в присутствии индикатора фенол-фталенна титруют свободную щелочь (гидроксид и карбонат), а затем в присутствии индикатора метилового оранжевого — связанную щелочь (бикарбонат).

3.2. Аппаратура и реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации с читервалом температур 0—100°С и цаной деления 1°С.

Колба П-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилинар 1-25 (100) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1 (3) —2—50—0,1 по ГОСТ 20292.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³, приготовление по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталени (индикатор), опиртовой раствор с массовой долей индикатора 1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

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

3.3. Проведение испытания

В плоскодонной колбе взвещивают от 1 до 5 г продукта, результат взвещивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, приливают 100 см³ горячей воды температурой 80—100°С, встряхивают, а затем после охлаждения до комнатной температуры прибавляют 2—3 капли раствора фенолфталенна (при наличии свободной щелочи раствор окращивается в малиновый цвет) и гитруют раствором кислоты до обесцвечивания. Замечают объем раствора кислоты (V₁), израсходованный на титрование.

Для определения связанной щелочи в ту же колбу прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого (растворокрашивается в желтый цвет) и продолжают титрование раствором кислоты до появления розового окрашивания. Замечают израсходованный объем раствора кислоты (V₂).

3.4. Обработка результатов

Массовую долю свободной щелочи (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot M}{m \cdot 100}$$

массовую долю связанной щелочи (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_2 \cdot M}{m \cdot 100},$$



где V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи в приоутствии фенолфталенна, см³:

V₂ — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи в присутствии метилового оранжевого, см³;

М — молярная масса эквивалента щелочи;

т — масса навески вещества, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0.3% для продуктов с массовой долей щелочи до 2.0% и 0.07% для продуктов с массовой долей щелочи до 0.5%; интервал суммарной погрешности измерения соответственно $\pm 0.2\%$ и $\pm 0.05\%$ при доверительной вероятности P=0.95.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОЙ ЩЕЛОЧИ В ПРОДУКТАХ, СОДЕРЖАЩИХ КАРБОНАТЫ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

4.1. Сущность метода

Метод основан на извлечении водорастворимой щелочи из продукта и определении ее титрованием раствором кислоты в присутствии индикатора фенолфталенна.

4.2. Аппаратура и реактивы

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

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Термометр жидиостный стеклянный по ГОСТ 28498 и нормативно-технической документации с интервалом температур 0—100°С и ценой деления 1°С.

Колба П-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-25 (100) по ГОСТ 1770.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бюретка (3)-2-50-0,1 по ГОСТ 20292.

Кислота соляная по ГОСТ 31:18, раствор концентрации с (HC1) = 0.1 моль/дм³, приготовление по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталенн (яндикатор) спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1%, приготовление по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированизм по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

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



4.3. В плоскодонной колбе взвешивают от 4 до 6 г продукта, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, приливают 100 см³ горячей воды температурой 80—100°С, на электрической плитке доводят до кипения и кипятят в течение 15 мин. Затем фильтруют через бумажный фильтр, собирая фильтрат в колбу вместимостью 250 см³. Остаток на фильтре (карбонат кальция и магния) промывают дважды 50 см³ горячей воды температурой 80—100°С.

К фильтрату с промывными водами присавляют 2—3 капли раствора фенолфталенна и титруют раствором соляной инслоты

до исчезновения розовой окраски раствора.

4.4. Обработка результатов Массовую долю щелочи (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot M}{m \cdot 100},$$

где V₁ — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора кислоты, израсходованный на титрование щелочи, см³;

М — молярная масса эквивалента щелочи;

т — масса навески вещества, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0.01% для продуктов с массовой долей щелочи до 0.1%; интервал суммарной погрешности измерения $\pm 0.005\%$ при доверительной вероятности P=0.95.

информационные данные

 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством медицинской промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

- А. Л. Войцеховская, канд. хим. наук; Т. Б. Залетова; Н. Н. Қалинина, канд. хим. наук; Г. П. Қарева, канд. хим. наук; Н. Б. Логинова; А. Б. Скворцова, канд. хим. наук; Н. М. Шехтман, канд. хим. наук
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕИСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 24.12.91 № 2061
- 3. Срок проверки III кв. 1997 г., периодичность проверки — 5 лет
- 4. BBEДЕН B3AMEH OCT 18—304—76, п. 3.25, ГОСТ 5972—77, п. 3.7
- 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-ТЫ

Обозначение НТД, на который двиз ссылка	Номер раздела, пункта
FOCT 1770—74 FOCT 3118—77 FOCT 4919.1—77 FOCT 5962—67 FOCT 6709—72 FOCT (12026—76 FOCT 14919—83 FOCT 20292—74 FOCT 24104—88 FOCT 25336—82 FOCT 25794.1—83 FOCT 28498—90 FOCT 29188J0—91	2.2, 3.2, 4.2 2.2, 3.2, 4.2 2.2, 3.2, 4.2 2.2, 3.2, 4.2 4.2 2.2, 3.2, 4.2 2.2, 3.2, 4.2

Редактор Т. И. Василенко Технический редактор О. Н. Никитина Корректор Е. И. Морозова

Сдано в ваб. 21.01.92 Подп. в печ. 20.62.92 Усл. печ. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,37, Тир., 432 акв.

Ордена «Звик Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресвенскай пер., 3 Тип. «Москвекий печатинк», Москва, Лялин пер. 6, Зак. 830

