

ИЗДЕЛИЯ ПАРФЮМЕРНЫЕ ЖИДКИЕ

Общие технические условия

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Рабочей группой с участием членов Технического комитета по стандартизации ТК 360 «Парфюмерно-косметическая продукция» и Российской парфюмерно-косметической ассоциации

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 360 «Парфюмерно-косметическая продукция»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 28 марта 2000 г. № 65-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ИЗДАНИЕ (июнь 2007 г.) с Поправками (ИУС 8—2001, ИУС 4—2003)

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© Стандартинформ, 2007

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

При анализе духов с суммой массовых долей душистых веществ более 15 % в колбу наливают 2 см³ диэтилфталата и 2,5 см³ духов.

Собирают прибор, состоящий из колбы с анализируемой жидкостью, насадки, термометра для измерения температуры в парах, нисходящего холодильника, алонжа, пробирки. На водяной бане температурой от 88 °С до 90 °С при атмосферном давлении отгоняют 10 см³ азеотропной смеси спирта, воды и циклогексана при температуре в парах от 60 °С до 65 °С.

Колбу при помощи перехода и предохранительной склянки соединяют с насосом, на 30 с погружают в баню температурой от 99 °С до 100 °С, а затем, вынув из бани, включают насос, устанавливают вакуумметрическое давление от 4,0 до 6,7 кПа (от 0,040 до 0,068 кгс/см² или от 30 до 50 мм рт. ст.) и отсасывают остатки растворителей в течение 5 мин.

Отсасывание и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность между взвешиваниями будет не более 0,005 г.

6.8.3.3 Обработка результатов

Сумму массовых долей душистых веществ X_5 , %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100, \quad (5)$$

где m_1 — масса колбы с остатком после отгонки растворителей, г;

m_2 — масса колбы с диэтилфталатом, г;

m — масса навески парфюмерной жидкости, г.

X_5 вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %; допускаемая суммарная погрешность измерения ± 0,5 % при вероятности $P = 0,95$.

6.8.4 Определение суммы массовых долей душистых веществ (до 5 %) в одеколонах и душистых водах объемным методом.

Метод основан на экстракции душистых веществ из парфюмерных жидкостей толуолом или ксилолом.

6.8.4.1 Аппаратура и реактивы

Цилиндр, сделанный из бюретки по ГОСТ 29251, вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³. Пипетки 6(7)-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498 и [2].

Секундомер с ценой деления 0,2 с.

Штатив.

Толуол по ГОСТ 5789 или ГОСТ 9880 или ксилол по ГОСТ 9949.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233; раствор с массовымиолями 10 % и 15 %.

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1 % [6].

6.8.4.2 Проведение анализа

10 см³ одеколона или душистой воды вносят пипеткой в сухой цилиндр, закрепленный в штативе, добавляют пипеткой 5 см³ толуола или ксилола и 20 см³ дистиллированной воды температурой от 80 °С до 85 °С или 20 см³ солевого раствора температурой от 70 °С до 75 °С.

К одеколонам, содержащим до 25 % воды, добавляют воду; к одеколонам, содержащим от 26 % до 35 % воды — 10 %-ный солевой раствор; к одеколонам, содержащим более 36 % воды, и душистым водам — 15 %-ный раствор хлористого натрия.

Цилиндр, избегая встряхивания, врашают между ладонями 30—40 с, выдерживают при комнатной температуре от 30 до 40 мин. Измерение объема толуольного или ксилольного экстракта проводят по нижнему мениску. Если линия расслоения нечеткая, добавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого.

6.8.4.3 Обработка результатов

Сумму массовых долей душистых веществ X_6 , %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot 100 \cdot d}{V_2 \cdot d_1}, \quad (6)$$

где V — объем толуольного или ксилольного экстракта, см³;

V_1 — объем толуола или ксилола, см³;

V_2 — объем парфюмерной жидкости, см³;

$\frac{d}{d_1}$ — отношение плотности композиции к плотности одеколона или душистой воды принимают равным единице.

X_6 вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %; допускаемая суммарная погрешность измерения $\pm 0,5\%$ при вероятности $P = 0,95$.

6.9 Определение микробиологической чистоты

Определение микробиологической чистоты проводят по методам, утвержденным Минздравом РФ [7].

7 Транспортирование и хранение

7.1 Транспортирование и хранение жидких парфюмерных изделий — по ГОСТ 27429.

7.2 Срок годности для каждого конкретного наименования жидких парфюмерных изделий устанавливает предприятие-изготовитель.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Указатель терминов парфюмерных жидкостей

Таблица А.1

Наименование парфюмерных жидкостей					
на русском языке	на французском языке	на английском языке	на немецком языке	на итальянском языке	на испанском языке
Духи	Parfum, Extrait	Perfume	Perfum	Profumo	Perfume
Парфюмерная вода	Eau de Parfum (EdP)	—	—	—	—
Туалетная вода	Eau de Toilette (EdT)	—	—	Acqua di Profumo	Agua de Perfume
Одеколон	Eau de Cologne (EdC)	Cologne	Kölnisch-Wasser	Acqua di Colonia	Agua de Colonia
Душистая вода	Eau Parfumée	—	—	—	—

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

- [1] СанПиН 1.2.681—97 Гигиенические требования к производству и безопасности парфюмерно-косметической продукции
- [2] ТУ 25-2021.003—88 Термометры ртутные стеклянные лабораторные
- [3] Государственная фармакопея СССР, изд. XI, вып. I, том I Алкоголеметрические таблицы
- [4] Таблицы для определения содержания этилового спирта в водно-спиртовых растворах, Издательство стандартов, Москва, 1999 г., том I, табл. 2
- [5] ТУ 64-19-134-91 Диэтилфталат
- [6] ТУ 6-09-5171-84 Метиловый оранжевый
- [7] МУ 4.2.801—99 Методы микробиологического контроля парфюмерно-косметической продукции

УДК 665.58 : 006.354

ОКС 71.100.70

Р16

ОКП 91 5500, 91 5600

Ключевые слова: парфюмерная жидкость, духи, парфюмерная вода, туалетная вода, одеколон, душистая вода, область применения, ссылки, технические требования, правила приемки, методы испытания, транспортирование, хранение

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.И. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Заготаревой*

Подписано в печать 26.06.2007. Формат 60x84^{1/8}. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 1,86.
Уч.-изд.л. 1,20. Тираж 137 экз. Зак. 526.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лидин пер., 6.

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Технические требования	2
3.1 Характеристика	2
3.2 Требования к сырью и материалам	3
3.3 Маркировка	3
3.4 Упаковка	3
4 Требования безопасности	4
5 Правила приемки	4
6 Методы испытаний	4
6.1 Определение внешнего вида	4
6.2 Определение цвета	4
6.3 Определение запаха	4
6.4 Определение стойкости запаха	4
6.5 Определение прозрачности	4
6.6 Определение объемной доли этилового спирта	5
6.7 Определение крепости (условной)	5
6.8 Определение суммы массовых долей душистых веществ	5
6.8.1 Определение суммы массовых долей душистых веществ методом газовой хроматографии	5
6.8.2 Определение суммы массовых долей душистых веществ гравиметрическим методом в парфюмерных жидкостях с массовой долей воды, вводимой по рецептуре, более 10 %	6
6.8.3 Определение суммы массовых долей душистых веществ гравиметрическим методом в парфюмерных жидкостях с массовой долей воды, вводимой по рецептуре, не более 10 %	7
6.8.4 Определение суммы массовых долей душистых веществ (до 5 %) в одеколонах и душистых водах объемным методом	8
6.9 Определение микробиологической чистоты	9
7 Транспортирование и хранение	9
Приложение А Указатель терминов парфюмерных жидкостей	10
Приложение Б Библиография	11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**ИЗДЕЛИЯ ПАРФЮМЕРНЫЕ ЖИДКИЕ****Общие технические условия**

Liquid perfumes. General specifications

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на спиртосодержащие парфюмерные жидкые изделия — духи, одеколоны, парфюмерные, туалетные и душистые воды (далее — парфюмерные жидкости). Термины парфюмерных жидкостей указаны в приложении А.

Духи, парфюмерные и туалетные воды применяют как ароматизирующие средства.

Одеколоны применяют в качестве гигиенических, освежающих и ароматизирующих средств.

Душистые воды применяют как гигиенические и освежающие средства.

Стандарт устанавливает общие технические требования к парфюмерным жидкостям и методы их испытаний.

Требования по безопасности изложены в 3.1.4, 3.2, 3.3.1, разделе 4.

Показатели идентификации приведены в 3.1.3 (внешний вид, цвет, запах, сумма массовых долей душистых веществ).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2405—88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия

ГОСТ 3639—79 Растворы водно-спиртовые. Методы определения концентрации этилового спирта

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995—77 Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9412—93 Марля медицинская. Общие технические условия

ГОСТ 9880—76 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9949—76 Ксилол каменноугольный. Технические условия

ГОСТ 14198—78 Циклогексан технический. Технические условия

ГОСТ 14618.10—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения плотности и показатели преломления

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27429—87 Изделия парфюмерно-косметические жидкие. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29188.0—91 Изделия парфюмерно-косметические. Правила приемки, отбор проб, методы органолептических испытаний

ГОСТ 29188.6—91 Изделия парфюмерно-косметические. Газохроматографический метод определения этилового спирта

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюretki. Часть 1. Общие требования

ГОСТ Р 51391—99 Изделия парфюмерно-косметические. Информация для потребителя. Общие требования

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия

3 Технические требования

3.1 Характеристика

3.1.1 Парфюмерные жидкости представляют собой спиртовые, спиртоводные или водно-спиртовые растворы многокомпонентных смесей душистых веществ (парфюмерных композиций). Парфюмерные жидкости могут содержать красители, антиоксиданты и другие добавки, разрешенные органами государственного санитарно-эпидемиологического надзора России. Парфюмерные жидкости подразделяются на духи, парфюмерные, туалетные и душистые воды и одеколоны, которые отличаются значениями физико-химических показателей: суммой массовых долей душистых веществ, объемной долей этилового спирта или крепостью (условной), стойкостью запаха и прозрачностью жидкости.

3.1.2 Парфюмерные жидкости должны вырабатывать в соответствии с требованиями настоящего стандарта по рецептурам и техническим требованиям на конкретное наименование изделия и технологическим регламентам (инструкциям) при соблюдении санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.

3.1.3 По органолептическим и физико-химическим показателям парфюмерные жидкости должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика и норма						
	Духи концентрированные	Духи группы «Экстра»	Духи	Парфюмерная вода	Туалетная вода	Одеколон	Душистая вода
Внешний вид	Прозрачная жидкость						
Цвет	Свойственный цвету изделия данного наименования						
Запах	Свойственный запаху изделия данного наименования						
Стойкость запаха, ч, не менее	60	60	50	50	40	24	—
Прозрачность	+3	+3	+3	+3	+3	+5	+5
	Отсутствие помутнения при температуре, °C						

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Характеристика и норма						
	Духи концентрированные	Духи группы «Экстра»	Духи	Парфюмерная вода	Туалетная вода	Одеколон	Душистая вода
Объемная доля этилового спирта, % об, не менее*	55,0	70,0	85,0	75,0	75,0	60,0	20,0
Крепость (условная), % об**							
	Соответствующая крепости парфюмерной жидкости данного наименования с допустимым отклонением ± 1						
Сумма массовых долей душистых веществ, %, не менее	30,0	15,0	10,0	10,0	4,0	1,5	1,0

* Обязателен к применению с 01.01.2002 г.
** Действует до 01.01.2002 г.

Причина — Для изделий детского ассортимента объемная доля этилового спирта в парфюмерных жидкостях должна быть не более 20 %.

3.1.4 Показатели микробиологической чистоты парфюмерных жидкостей детского ассортимента и душистой воды должны соответствовать нормам безопасности, установленным гигиеническими требованиями к парфюмерно-косметической продукции [1].

3.2 Требования к сырью и материалам

Сыре и материалы для приготовления парфюмерных жидкостей должны соответствовать требованиям нормативных документов, утвержденных в установленном порядке.

Для приготовления парфюмерных жидкостей используют ректифицированный этиловый спирт из пищевого сырья по ГОСТ Р 51652 (высшей очистки, «Экстра»), ректифицированный этиловый спирт технический по ГОСТ 18300 (марки «Экстра»), этиловый спирт синтетический, изготовленный по нормативному документу, согласованному в установленном порядке с Департаментом госсанэпиднадзора Минздрава России, или эти же спирты, денатурированные добавками, разрешенными в установленном порядке в Российской Федерации.

3.3 Маркировка

3.3.1 Маркировка потребительской тары с парфюмерными жидкостями — по ГОСТ Р 51391 со следующим дополнением.

На потребительской таре с парфюмерными жидкостями указывают объемную долю этилового спирта или крепость (условную, % об).

3.3.2 Маркировка транспортной тары — по ГОСТ 27429.

3.4 Упаковка

3.4.1 Упаковка парфюмерных жидкостей — по ГОСТ 27429.

3.4.2 Парфюмерные жидкости могут быть упакованы во флаконы, снабженные механическим распылителем.

3.4.3 Упаковка парфюмерных жидкостей должна обеспечивать сохранность продукции.

3.4.4 Парфюмерные жидкости упаковывают в соответствии с техническим документом изготовителя на конкретное наименование изделия. Допустимое отклонение по объему не должно превышать $\pm 5\%$.

3.4.5 Парфюмерные жидкости упаковывают во флаконы объемом не более 255 см³.

3.4.6 Тара и упаковочные средства должны быть изготовлены из материалов, разрешенных органами государственного санитарно-эпидемиологического надзора России для контакта с пищевыми продуктами.

3.4.7 Не допускается выпускать парфюмерные жидкости в потребительской таре, предназначеннной для пищевых продуктов, алкогольных напитков и бытовой химии.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека парфюмерные жидкости в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относят к 4-му классу опасности (вещества малоопасные).

Парфюмерные жидкости не должны оказывать общетоксичного, кожнораздражающего и сенсибилизирующего действия.

4.2 Парфюмерные жидкости должны соответствовать нормам безопасности, установленным гигиеническими требованиями [1].

4.3 Парфюмерные жидкости относят к легковоспламеняющимся жидкостям.

4.4 Общие требования по обеспечению пожарной безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.1.004.

4.5 При загорании следует применять тонкораспыленную воду, химическую пену, песок, все виды огнетушителей.

5 Правила приемки

5.1 Парфюмерные жидкости принимают по ГОСТ 29188.0, раздел 1.

5.2 Отбор проб проводят по ГОСТ 29188.0, раздел 2.

5.3 Для проверки соответствия парфюмерных жидкостей требованиям настоящего стандарта проводят приемосдаточные и периодические испытания.

5.4 Приемосдаточные испытания проводят по показателям: внешний вид, цвет, запах, прозрачность, объемная доля этилового спирта или крепость.

5.5 Сумму массовых долей душистых веществ определяют периодически в соответствии с техническими документами изготовителя.

5.6 Стойкость запаха парфюмерных жидкостей определяют при разногласиях в оценке качества изделия.

5.7 Показатели микробиологической чистоты определяют в парфюмерных жидкостях детского ассортимента и душистой воде, содержащих не более 25 % объемной доли этилового спирта, в соответствии с техническими документами изготовителя.

5.8 Содержание этилового спирта в парфюмерных жидкостях определяют как объемную долю этилового спирта методом газовой хроматографии или как крепость (условную).

6 Методы испытаний

Из выборки, отобранный по ГОСТ 29188.0, составляют объединенную пробу, которая для жидкостей из флаконов должна быть не менее 100 см³, а для жидкостей из пробирок — не менее 25 см³.

6.1 Определение внешнего вида

Внешний вид парфюмерных жидкостей определяют по ГОСТ 29188.0, раздел 3.

6.2 Определение цвета

Цвет парфюмерных жидкостей определяют по ГОСТ 29188.0, раздел 3.

6.3 Определение запаха

Запах парфюмерных жидкостей определяют по ГОСТ 29188.0, раздел 3.

6.4 Определение стойкости запаха

6.4.1 Аппаратура, материалы

Чашка выпарительная № 3 по ГОСТ 9147.

Пипетки 6-1-5 по ГОСТ 29227.

Марля по ГОСТ 9412.

Пинцет.

6.4.2 Проведение испытания

В выпарительную чашку наливают 0,5—1,0 см³ парфюмерной жидкости. В ней смачивают кусочек сухой, предварительно простиранной в горячей воде без мыла, отбеленной марли размером 5 × 10 см, вынимают ее пинцетом и, не отжимая, просушивают в помещении температурой воздуха 15 °С — 20 °С.

Стойкость запаха парфюмерных жидкостей определяют органолептически через каждые 10 ч.

6.5 Определение прозрачности

6.5.1 Аппаратура, материалы

Лампа электрическая мощностью 40 Вт.

Пробирки по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498 и [2].

Смесь льда с солью (3 : 1).

6.5.2 Проведение испытания

В пробирку с помощью цилиндра наливают 10—20 см³ парфюмерной жидкости. Пробирку закрывают пробкой, в которую вставлен термометр (шарик термометра должен быть полностью погружен в исследуемую жидкость). Пробирку с парфюмерной жидкостью охлаждают смесью льда с солью до 5 °С при анализе одеколонов и душистых вод и до 3 °С — духов, парфюмерных и туалетных вод, затем вынимают из охлаждающей смеси, встряхивают и просматривают в проходящем дневном свете или свете электрической лампы.

6.6 Определение объемной доли этилового спирта

Объемную долю этилового спирта парфюмерных жидкостей определяют по массовой доле этилового спирта методом газовой хроматографии по ГОСТ 29188.6 с последующим пересчетом по алкоголеметрическим таблицам [3].

6.7 Определение крепости (условной)

Крепость (условную) парфюмерных жидкостей определяют по ГОСТ 3639.

Допускается определять крепость (условную) парфюмерных жидкостей по плотности в соответствии с требованиями ГОСТ 14618.10. Полученный результат переводят в крепость по алкоголеметрическим таблицам [3] или [4].

6.8 Определение суммы массовых долей душистых веществ

Массовую долю душистых веществ в парфюмерных жидкостях определяют методом газовой хроматографии по 6.8.1, гравиметрическим методом по 6.8.2, 6.8.3 и объемным методом по 6.8.4.

6.8.1 Определение суммы массовых долей душистых веществ методом газовой хроматографии

Метод основан на определении суммы массовых долей душистых веществ как разности между общим содержанием компонентов парфюмерной жидкости (этиловый спирт, вода, душистые вещества), принятым за 100 %, и суммой массовых долей этилового спирта и воды, выраженных в процентах.

Сумму массовых долей душистых веществ X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 - (X_2 + X_3), \quad (1)$$

где X_2 — массовая доля этилового спирта, %;

X_3 — массовая доля воды, %.

X_1 , X_2 , X_3 вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

6.8.1.1 Массовую долю этилового спирта X_2 в парфюмерной жидкости определяют методом газовой хроматографии по ГОСТ 29188.6.

6.8.1.2 Массовую долю воды X_3 в парфюмерной жидкости определяют методом газовой хроматографии.

6.8.1.2.1 Аппаратура и реактивы — по ГОСТ 29188.6 со следующим дополнением:

хроматограф газовый с детектором по теплопроводности марки ЛХМ-80 или аналогичный;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.8.1.2.2 Подготовка к испытанию

6.8.1.2.2.1 Приготовление насадки и колонки — по ГОСТ 29188.6.

6.8.1.2.2.2 Приготовление проб

Для определения относительного калибровочного коэффициента K_n готовят 2 пробы следующим образом: взвешивают 0,5—1,0 г воды в колбе с пришлифованной пробкой и добавляют к ней пропиловый спирт в количестве, приблизительно в 3 раза превышающем взятую навеску воды. Результаты взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака. Каждую пробу хроматографируют и находят среднее арифметическое из 10 определений K_n^1 и K_n^2 .

Для определения массовой доли воды используют ту же пробу, что и для определения этилового спирта по 2.3.2 ГОСТ 29188.6.

6.8.1.2.3 Проведение испытания — по ГОСТ 29188.6.

6.8.1.2.4 Обработка результатов

Площадь пика на хроматографе измеряют автоматическим цифровым интегратором.

Массовую долю воды X_3 , %, вычисляют методом внутреннего стандарта по формуле

$$X_3 = \frac{m_{cr} \cdot S_n \cdot K_n}{m \cdot S_{cr}} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_{ct} — масса внутреннего стандарта с учетом чистоты, г;

S_u — площадь пика воды;

K_u — относительный калибровочный коэффициент;

m — масса анализируемого образца, г;

S_{ct} — площадь пика внутреннего стандарта.

Относительный калибровочный коэффициент K_u вычисляют по формуле

$$K_u = \frac{m_u \cdot S_{ct}}{m_{ct} \cdot S_u}, \quad (3)$$

где m_u — масса воды, г.

Ориентированное значение относительного калибровочного коэффициента для детектора по теплопроводности — 1,0.

За окончательное значение относительного калибровочного коэффициента принимают среднее арифметическое коэффициентов K_u^1 и K_u^2 , расхождение между которыми не должно превышать 0,02.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 1 %; пределы относительной погрешности измерений $\pm 2,5\%$ при вероятности $P = 0,95$.

6.8.2 Определение суммы массовых долей душистых веществ гравиметрическим методом в парфюмерных жидкостях с массовой долей воды, вводимой по рецептуре, более 10 %.

Метод основан на экстракции душистых веществ из парфюмерных жидкостей хлороформом с последующим гравиметрическим определением суммы массовых долей душистых веществ в остатке после отгонки растворителей.

6.8.2.1 Аппаратура и реактивы

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

Колба К-1-50-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирка П-2-25-14/23 по ГОСТ 1770.

Холодильник ХПТ-2-400-29/23 ХС по ГОСТ 25336.

Алонж АИО-14/23-14/23-60 ТС по ГОСТ 25336.

Насадка Н1-14/23-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Переход П10-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-50 по ГОСТ 1770.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °C до 100 °C и ценой деления 1 °C по ГОСТ 28498 и [2].

Вакуумметр ВО, верхний предел измерений 0,1 МПа (1 кгс/см²), класс точности 0,25 по ГОСТ 2405.

Воронка ВД-1-50(100) ХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Насос вакуумный или водоструйный по ГОСТ 25336.

Склейка СПЖ-250 или СПТ по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или медицинский.

Метанол-яд по ГОСТ 6995.

Диэтилфталат [5].

Баня водяная.

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

6.8.2.2 Проведение испытания

В делительную воронку наливают с помощью цилиндра 18 см³ дистиллированной воды и добавляют пипеткой 10 см³ анализируемой парфюмерной жидкости, отобранный из предварительно взвешенного флакона.

Взвешивают флакон с оставшейся жидкостью и по разности взвешиваний определяют массу парфюмерной жидкости, взятой для испытания. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака.

Затем в делительную воронку добавляют с помощью цилиндра 10 см³ хлороформа, встряхивают и дают содержимому отстояться до полного разделения слоев. В случае образования эмульсии добавляют несколько капель насыщенного солевого раствора.

В колбу наливают пипеткой 0,5—0,6 см³ диэтилфталата, колбу взвешивают на весах (результаты всех взвешиваний записывают в граммах с точностью до третьего десятичного знака), затем сливают в нее нижний слой из делительной воронки.

Водный слой дважды экстрагируют свежими порциями по 5 см³ хлороформа, органические экстракты объединяют с содержимым колбы, туда же добавляют 5 см³ метанола, после чего полученную смесь встряхивают.

Собирают прибор, состоящий из колбы с объединенными экстрактами, насадки, термометра для измерения температуры в парах, нисходящего холодильника, алонжа, пробирки, и на водяной бане температурой от 85 °С до 90 °С при атмосферном давлении из колбы проводят отгонку растворителей при температуре в парах от 53 °С до 59 °С.

После окончания отгонки основной массы растворителей, фиксируемой по снижению температуры в парах, колбу при помощи перехода и предохранительной склянки соединяют с насосом. Устанавливают вакуумметрическое давление от 4,0 до 6,7 кПа (от 0,040 до 0,068 кгс/см² или от 30 до 50 мм рт. ст.) и на водяной бане температурой 40 °С в течение 20 мин отсасывают остатки растворителей. Охлажденную колбу взвешивают, а затем, прикрыв пробкой, опускают в баню температурой от 60 °С до 70 °С, повторяют отсасывание при том же разрежении в течение 5 мин, после чего взвешивают. Отсасывание и взвешивание повторяют до тех пор, пока разность между взвешиваниями будет не более 0,005 г.

6.8.2.3 Обработка результатов

Сумму массовых долей душистых веществ X_4 , %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

где m_1 — масса колбы с остатком после отгонки растворителей, г;

m_2 — масса колбы с диэтилфталатом, г;

m — масса навески парфюмерной жидкости, г.

X_4 вычисляют до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %; допускаемая суммарная погрешность измерения ± 0,5 % при вероятности $P = 0,95$.

6.8.3 Определение суммы массовых долей душистых веществ гравиметрическим методом в парфюмерных жидкостях с массовой долей воды, вводимой по рецептуре, не более 10 %

6.8.3.1 Аппаратура и реактивы

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

Колба К-1-25-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пробирка П-2-25-14/23 по ГОСТ 1770.

Холодильник ХПТ-2-400-29/23 ХС по ГОСТ 25336.

Алонж АИО-14/23-14/23-60 ТС по ГОСТ 25336.

Насадка Н1-14/23-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Переход П10-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 6(7)-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498 и [2].

Вакуумметр ВО, верхний предел измерений 0,1 МПа (1 кгс/см²), класс точности 0,25 по ГОСТ 2405.

Насос вакуумный или водоструйный по ГОСТ 25336.

Секундомер с ценой деления 0,2 с.

Склянка СПЖ-25 или СПТ по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Диэтилфталат [5].

Циклогексан технический по ГОСТ 14198.

Баня водяная.

6.8.3.2 Проведение испытания

В колбу наливают пипеткой 1 см³ диэтилфталата, колбу взвешивают (результаты всех взвешиваний записывают в граммах с точностью до третьего десятичного знака), наливают в нее пипеткой 5 см³ анализируемой парфюмерной жидкости, снова взвешивают, а затем приливают пипеткой 10 см³ циклогексана.