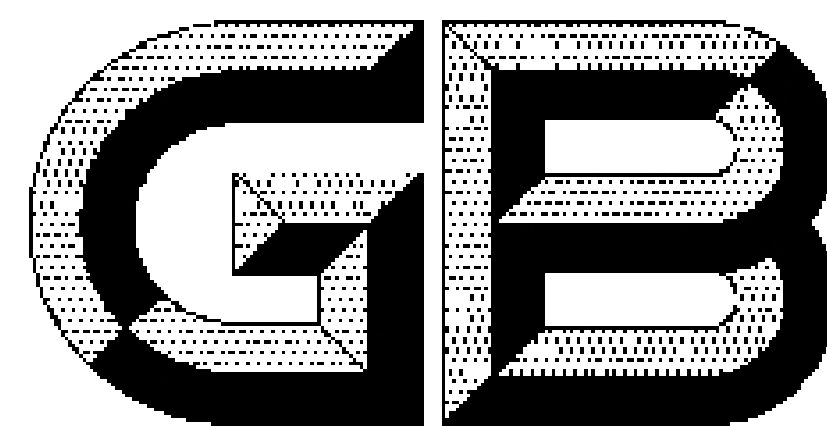




中华人民共和国国家标准

GB/T 40970—2021

化妆品中氨含量的测定 滴定法

Determination of ammonia in cosmetics—Titration method

2021-11-26 发布

2022-06-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本文件起草单位：上海市质量监督检验技术研究院、上海香料研究所。

本文件主要起草人：王丁林、马跃龙、薛峰、杨健、张益萍、钟霖、吴新、张华燕、彭亚锋、顾宇翔、杨斌。

化妆品中氨含量的测定 滴定法

1 范围

本文件描述了化妆品中氨含量测定方法的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、试验数据处理、回收率、精密度等内容。

本文件适用于染发产品、烫发产品等化妆品中以氨气或氨水形式加入的氨含量的测定。

本文件不适用于添加了铵类原料(西曲氯铵及硬脂基三甲基氯化铵除外)的产品。

本文件氨(以 NH_3 计)的方法检出限为 0.1%，定量限为 0.2%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经氯化钡处理后，用甲醇提取，经过滤或离心，将滤液(或上清液)在碱性条件下加热蒸馏，蒸出的氨收集在硼酸吸收溶液中，用盐酸标准滴定溶液进行滴定定量。

5 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 无氨的水，按照 GB/T 603 制取。

5.2 甲醇。

5.3 氯化钡溶液(25 g/100 mL)：称取 25 g 氯化钡，加水溶解后稀释至 100 mL。

5.4 氧化镁。

5.5 硼酸溶液(20 g/L)：称取 20 g 硼酸，加水溶解后并稀释至 1 000 mL。

5.6 盐酸标准滴定溶液(0.1 mol/L)：按照 GB/T 601 配制并标定，也可购买市售商品化试剂。

5.7 甲基红乙醇溶液(1 g/L)：称取 0.1 g 甲基红，溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100 mL，常温保存。

5.8 溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L)：称取 0.1 g 溴甲酚绿，溶于 95%乙醇，用 95%乙醇稀释至 100 mL，常温保存。

5.9 混合指示液:2 份甲基红乙醇溶液(5.7)与 5 份溴甲酚绿乙醇溶液(5.8)临用时混合。

6 仪器设备

6.1 玻璃水汽蒸馏装置:见附录 A(可采用市售水汽蒸馏仪或同类型装置)。

6.2 滴定管:25 mL,最小刻度为 0.1 mL。

6.3 容量瓶:100 mL。

6.4 均质机或涡旋振荡器。

6.5 分析天平:感量 0.000 1 g。

6.6 离心机。

7 试验步骤

7.1 样品处理

称取充分混匀的试样 1 g(精确到 0.000 1 g),置于 100 mL 烧杯,加 10 mL 蒸馏水、10 mL 氯化钡溶液(5.3)后摇匀,必要时采用涡旋振荡或均质,将试样溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用甲醇(5.2)润洗烧杯,一并转入容量瓶中,混合均匀,加甲醇至刻度线以下,并于 0 °C~5 °C 冰箱中放置 1 h,取出恢复至室温,补加甲醇(5.2)至刻度,混匀。将溶液过滤或离心,吸取滤液或上清液 10 mL,置于 500 mL 蒸馏瓶中,加 50 mL 水及 1 g 氧化镁(5.4),连接好蒸馏装置,并使冷凝管下端连接弯管伸入接收瓶液面下,接收瓶内盛有 15 mL 硼酸溶液(5.5)及 2 滴~3 滴混合指示液(5.9),加热蒸馏,至馏出液体积约为 200 mL。

平行做三份试验。

蒸馏装置应具有足够的冷凝效果,保证蒸馏出的水-氨混合物不会挥发到大气中。

7.2 测定

用盐酸标准滴定溶液(5.6)滴定,由无色变为紫红色为滴定终点。

7.3 空白试验

除不称取试样外,按 7.1~7.2 步骤与测试平行进行测定。

8 试验数据处理

试样中氨的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.017}{\frac{10}{100} \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中氨的含量(以 NH_3 计), %;

V_1 ——测定用试样消耗盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白消耗盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.017——氨的计算系数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

结果以三次平行测定结果的算术平均值表示,计算结果保留两位有效数字。

9 回收率

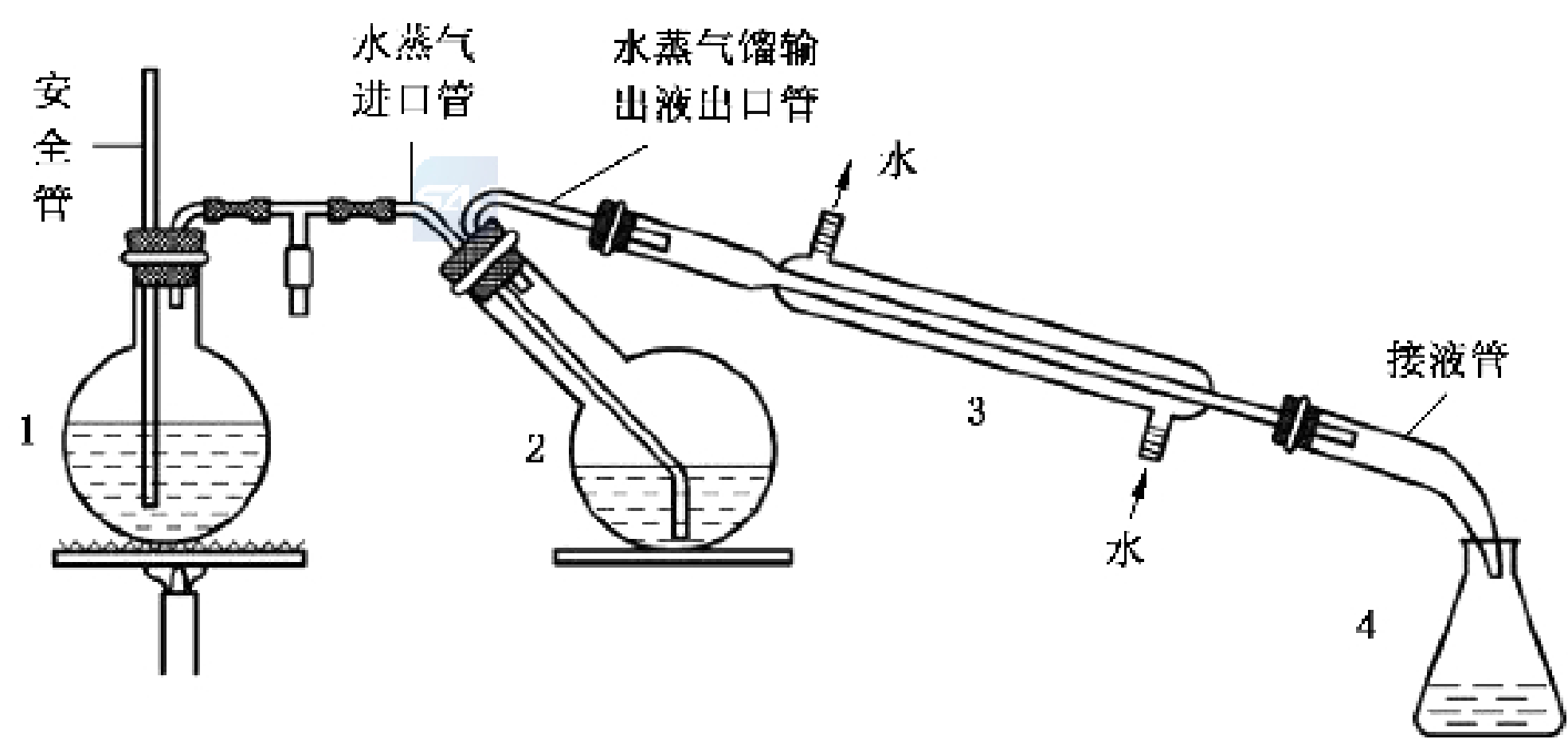
在添加浓度为 0.2%~6% 范围内,回收率为 90%~105%。

10 精密度

在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

附录 A
(资料性)
玻璃水汽蒸馏装置

玻璃水汽蒸馏装置见图 A.1。



- 标引序号说明：
- 1——水汽发生装置；
 - 2——反应瓶；
 - 3——冷凝系统；
 - 4——接收装置。

图 A.1 玻璃水汽蒸馏装置
