№ 132

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 14618.0-78 — ГОСТ 14618.12-78

Издание официальное

Цена 30 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 14618.0-78 — ГОСТ 14618.12-78

Издание официальное

МОСКВА — 1987

© Издательство стандартов, 1987

УДК 668.5:543.05:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Правила приемки, отбор проб и методы органолептических исследований

ГОСТ 14618.0—78*

Essential oils, aromatics and their intermediates. Acceptance rules, sampling and methods of organoleptic tests

Взамен ГОСТ 14618.0—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3169 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3761 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает правила приемки, отбор проб и методы органолептических исследований.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 212—1973 в части касающейся отбора проб.

1. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

1.1. Продукцию принимают партиями. Партией считается любое количество однородного по своим показателям продукта одного наименования и сорта, оформленного одним документом о качестве, установленной формы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Для контроля качества продукции от партии отбирают выборки в соответствии с таблицей.

Объем партии (количество упаковочных единиц), шт.	Объем выборки (шт.)
От 1 до 3	1
От 4 » 10	2
Св. 11 » 20	3
Св. 20	10% от всех единиц

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

1.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному показателю проводят повторный анализ на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

2. ОТБОР ПРОБ

2.1. Из единиц продукции, отобранных по п. 1.2, отбирают точечные пробы в одинаковых количествах из среднего, нижнего и верхнего слоев.

Для жидких продуктов отбирают не менее двух точечных проб, для сыпучих — не менее трех.

2.2. Пробы жидкого вещества отбирают чистой сухой стеклянной трубкой диаметром 8—12 мм с оттянутым нижним концом.

Пробы кристаллического вещества отбирают пробоотборником (щупом), изготовленным из материала, не реагирующего с данным продуктом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Продукты, кристаллизующиеся при температуре окружающей среды, необходимо для отбора проб довести до жидкого состояния и перемешать до получения однородной массы.

2.4. Точечные пробы соединяют вместе в сухой чистой склянке и тщательно перемешивают.

2.5. Объединенную пробу сыпучих продуктов сокращают методом квартования до средней пробы.

Объединенную пробу жидких продуктов тщательно перемешивают и по п. 2.2 сокращают до средней пробы.

Масса средней пробы определяется нормативно-технической документацией на продукт.

Среднюю пробу тщательно перемешивают, делят на две равные части и помещают в две чистые сухие склянки, которые плотно закрывают пробками и опечатывают.

2.6. Отобранные средние пробы снабжают этикетками с указанием:

наименования продукта;
наименования предприятия-изготовителя;
номера и массы партии;
даты изготовления продукта;
количества мест;
даты и места отбора проб;
фамилии лиц, отобравших пробу;
обозначения стандарта на данную продукцию.

2.7. Одну пробу направляют в лабораторию для проведения анализа, вторую сохраняют на случай возникновения разногласий в оценке качества продукции.

3. МЕТОДЫ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИХ АНАЛИЗОВ

3.1. Внешний вид, цвет, вкус и запах определяют органолептически.

3.2. Внешний вид и цвет жидких веществ определяют просмотром пробы в количестве 30—50 $см^3$, помещенной в стакан типов В-1—100, В-2—100, Н-1—100, Н-2—100 по ГОСТ 25336—82. Стакан устанавливают на листе белой бумаги и окраску рассматривают в проходящем или отраженном дневном свете.

Внешний вид и цвет кристаллических веществ определяют просмотром пробы, помещенной на лист белой фильтровальной бумаги.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Для определения вкуса одну каплю анализируемого жидкого вещества смешивают с 1 г сахарной пудры и пробуют на язык.

3.4. Запах жидких веществ определяют органолептически на полоске плотной бумаги размером 10×160 мм, смоченной на 1/6 погружением в анализируемую жидкость.

Запах кристаллических веществ, смол, бальзамов, абсолютных и конкретных масел определяют органолептически на полоске плотной бумаги размером 10×160 мм, смоченной на 1/6 погружением в свежеприготовленный 10%-ный раствор анализируемого продукта в этиловом спирте.

Запах проверяют периодически в течение 15 мин. Он должен быть свойственным для анализируемого вида продукции.

УДК 668.5:546.13.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения хлора

ГОСТ 14618.1—78*

Essential oils, aromatics and their intermediates.
Methods for determination of chlorine content

Взамен
ГОСТ 14618.1—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3170 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3762 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения хлора:

общего с металлическим натрием;

аллильного с йодистым калием в ацетоне;

омылением щелочью;

омылением щелочью в этиленгликоле;

меркурометрический.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ХЛОРА С МЕТАЛЛИЧЕСКИМ НАТРИЕМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на разрушении хлорорганического соединения действием металлического натрия в ксилоле и определении иона хлора титрованием.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба плоскодонная круглая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см^3 со шлифом.

Весы лабораторные аналитические I, II класс, предел взвешивания — не более 200 г.

Холодильник Либиха со шлифом по ГОСТ 25336—82.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1985 г. (ИУС 2—85).*

Воронка делительная по ГОСТ 25336—82.

Баня песчаная.

Микробюретка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 см³.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, насыщенный раствор, подкисленный серной кислотой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, 20%-ный раствор.

Конго красный для приготовления индикаторной бумаги.

Ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9949—76, не содержащий хлора.

Натрий металлический технический по ГОСТ 3273—75.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

2.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

0,1—1 г анализируемого вещества (в зависимости от предполагаемого содержания хлорида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу. В эту же колбу добавляют 25 см³ ксилола и 1,5—2 г металлического натрия, нарезанного мелкими кусочками. Колбу соединяют с обратным холодильником и кипятят на песчаной бане в течение 30 мин.

После охлаждения колбы через холодильник в нее добавляют небольшими порциями 40 см³ этилового спирта для разложения металлического натрия и затем добавляют 20 см³ воды. Содержимое колбы подкисляют азотной кислотой до кислой реакции (проба с индикатором конго).

Реакционную массу переносят в делительную воронку и промывают ксилольный слой дистиллированной водой до получения отрицательной реакции на ион-хлора (проба с азотнокислым серебром), собирая в чистую колбу водный слой и промывные воды. В колбу добавляют 10 см³ раствора азотнокислого серебра, около 1 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют по каплям раствором роданистого аммония до появления розовой окраски. Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

Массовую долю общего хлора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 35{,}5}{m \cdot 100},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование азотнокислого серебра в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование азотнокислого серебра в рабочем опыте, см³;

m — масса навески вещества, г;

35,5 — атомная масса хлора.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества 50—100%;

0,5% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества 10—50%;

0,01% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества не более 0,1%,

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЛИЛЬНОГО ХЛОРА С ЙОДИСТЫМ КАЛИЕМ В АЦЕТОНЕ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции аллильного хлора с йодистым калием в безводном ацетоне и последующем аргентометрическом определении хлористого калия.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба плоскодонная круглая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³ со шлифом.

Весы лабораторные аналитические I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Холодильник Либиха со шлифом.

Баня песчаная.

Микробюретка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³.

Фильтр стеклянный пористый № 3.

Ацетон по ГОСТ 2603—79 (влажность не более 0,3%).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74 (сушат в течение 1 ч при 120°С и хранят в эксикаторе над хлористым кальцием).

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75, 0,5%-ный раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

3.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

0,1—1 г анализируемого вещества (в зависимости от предполагаемого содержания хлорида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, добавляют цилиндром 20 см³ насыщенного раствора йодистого калия в безводном ацетоне. Колбу с обратным холодильником устанавливают над песчаной баней на высоте 7—10 см. Реакционную смесь кипятят от 0,5 до 4 ч, в зависимости от строения анализируемого вещества. По окончании реакции (конец реакции для каждого продукта устанавливают экспериментально) в колбу через холодильник добавляют 10 см³ безводного ацетона. Затем реакционную смесь количественно переносят на сухой стеклянный фильтр № 3. Осадок на стеклянном фильтре промывают безводным ацетоном до получения отрицательной реакции на ион-хлора (проба с раствором нитрата серебра). Промытый осадок количественно растворяют на фильтре 10—12 см³ дистиллированной воды, добавляют несколько капель раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до появления розовой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

Массовую долю хлора (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 35{,}5}{m \cdot 100}.$$

Массовую долю хлорида (X_2) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование ионов хлора, см³;

35,5 — атомная масса хлора;

m — масса навески вещества, г;

M — молекулярная масса хлорида (хлорсоединения).

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА ОМЫЛЕНИЕМ ЩЕЛОЧЬЮ (хлористый бензил)

4.1. Сущность метода

Метод основан на омылении хлора спиртовым раствором гидроокиси калия. Содержание омыленного хлора определяют по количеству вступившей в реакцию щелочи или по количеству азотнокислого серебра, израсходованного на титрование реакционной смеси.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба плоскодонная круглая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³ со шлифом.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Холодильник воздушный длиной 100—150 см со шлифом.

Баня водяная.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Калия гидроокись чистый, 0,5 моль/дм³ спиртовой раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,1 моль/дм³ раствор.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, насыщенный водный раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Конго красный для приготовления индикаторной бумаги.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

4.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

4.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

4.3. Проведение анализа

0,1—1 г анализируемого вещества (в зависимости от предполагаемого содержания хлорида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, добавляют 20 см³ раствора щелочи, несколько капель фенолфталеина и кипятят с обратным воздушным холодильником на водяной бане в течение 1 ч.

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3.1. *Определение хлора по расходу гидроокиси калия.*

После омыления реакционную смесь оттитровывают раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски. Параллельно проводят контрольный опыт.

4.3.2. *Обработка результатов.*

Массовую долю хлора (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 35{,}5}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроокиси калия в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроокиси калия в рабочем опыте, см³;

m — масса навески вещества, г;

35,5 — атомная масса хлора.

4.3.3. *Определение хлора по расходу азотнокислого серебра*

Содержимое колбы после реакции омыления подкисляют азотной кислотой до получения кислой реакции (проба с индикатором конго), приливают из бюретки 10 см³ раствора азотнокислого серебра, добавляют 2 см³ раствора железоаммонийных квасцов и титруют раствором роданистого аммония до появления розовой окраски. Параллельно проводят контрольный опыт.

4.3.4. *Обработка результатов*

Массовую долю хлора (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot 35{,}5}{m \cdot 100},$$

где:

V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование азотнокислого серебра в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование азотнокислого серебра в рабочем опыте, см³;

m — масса навески вещества, г;

35,5 — атомная масса хлора.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА ОМЫЛЕНИЕМ ЩЕЛОЧЬЮ В ЭТИЛЕНГЛИКОЛЕ (хлоркислоты)

5.1. Сущность метода

Метод основан на омылении хлора раствором гидроокиси калия в этиленгликоле. Содержание омыленного хлора определяют по количеству вступившей в реакцию щелочи или аргентометрически.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба плоскодонная круглая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³ со шлифом.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Холодильник со шлифом.

Баня песчаная.

Бюретки по ГОСТ 20292—74.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164—75, калия гидроокись чистый, 0,5 моль/дм³ раствор в 50%-ном водном этиленгликоле.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,5 моль/дм³ раствор.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, насыщенный водный раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Конго красный для приготовления индикаторной бумаги.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

5.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

5.3. Проведение анализа

0,1—1 г анализируемого вещества (в зависимости от предполагаемого содержания хлорида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, добавляют 20 см³ раствора гидроокиси калия в этиленгликоле, несколько капель фенолфталеина и кипятят с обратным холодильником на песчаной бане в течение 1 ч.

Дальнейшее определение проводят по п. 4.3.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА МЕРКУРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ (применяется наряду с аргентометрическим методом)

6.1. Сущность метода

Метод основан на реакции азотнокислой закисной ртути с ионами хлора. Избыток азотнокислой закисной ртути вызывает изменение окраски индикатора.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521—78, 0,1 моль/дм³ раствор.

Азотная кислота по ГОСТ 11125—84, 0,1 моль/дм³ раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Дифенилкарбазон 1%-ный спиртовой раствор.

Индикаторная бумага универсальная.

6.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

6.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

6.3. Проведение анализа

0,1—1 г анализируемого вещества (в зависимости от предполагаемого содержания хлорида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пробкой, растворяют в 10 см³ дистиллированной воды, подкисляют раствором азотной кислоты до pH 1,5—2,0 по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 6 капель дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой закисной ртути до появления фиолетово-синей окраски.

6.4. Обработка результатов

Массовую долю хлора (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V \cdot 35{,}5}{m \cdot 100},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³, раствора азотнокислой закисной ртути, израсходованный на титрование ионов хлора, см³;

35,5 — атомная масса хлора;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в п. 2.4.

6.3—6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения карбонильных соединений

ГОСТ 14618.2—78*

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of carbonyl compounds (aldehydes and ketones)

Взамен ГОСТ 14618.2—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3171 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3763 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

альдегидов и кетонов оксимированием;

альдегидов с применением реакции Шиффа;

альдегидов и кетонов при совместном присутствии;

альдегидов и ацеталей при совместном присутствии;

кетонов и кеталей при совместном присутствии;

альдегидов бисульфитным методом;

альдегидов полярографическим методом.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78

2. КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПО РЕАКЦИИ С СОЛЯНОКИСЛЫМ ГИДРОКСИЛАМИНОМ

2.1. Аппаратура и реактивы

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 0,1%-ный или 0,5%-ный водные растворы.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, нейтральный по метиловому оранжевому, 0,5 моль/дм³ раствор в 60%-ном этиловом спирте (4 г солянокислого гидроксиламина растворяют в 40 см³ дистиллированной воды и добавляют 60 см³ этилового спирта).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

2.2. Проведение анализа

0,5 г или 1 см³ анализируемого вещества (анализируемое вещество должно быть нейтральным, иначе его следует нейтрализовать по метиловому оранжевому) помещают в пробирку, приливают 1 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и одну-две капли раствора метилового оранжевого. Определению мешают перекиси, ацетали и кетали.

Появление красной окраски указывает на присутствие карбонильных соединений.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛИФАТИЧЕСКИХ АЛЬДЕГИДОВ, РАСТВОРИМЫХ в 60-%-НОМ ВОДНО-СПИРТОВОМ РАСТВОРЕ (ацетальдегид, пропионовый альдегид, акролеин, бензальдегид, ванилин)

3.1. Сущность метода

Метод основан на количественном образовании оксимов при взаимодействии солянокислого гидроксиламина с соединениями, имеющими в своем составе карбонильную группу. Содержание карбонильного соединения определяют по эквивалентному ему количеству соляной кислоты, выделившейся при этой реакции.

3.2. Аппаратура и реактивы

Колба плоскодонная по ГОСТ 25336—82, вместимостью 75—100 см³.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 0,5 моль/дм³ раствор в 60%-ном этиловом спирте, нейтральный по метиловому оранжевому.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 моль/дм³ раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 0,1%-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1 Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

3.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3.3. Проведение анализа

0,2—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания карбонильного соединения), взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 15 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, а для альдегидов с молекулярной массой менее 150—25 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и сразу же титруют выделившуюся соляную кислоту раствором щелочи в присутствии метилового оранжевого до желтой окраски.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1,0% — для продуктов с массовой долей альдегидов более 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей альдегидов от 10 до 50%;

0,2% — для продуктов с массовой долей альдегидов менее 10%.

Если анализируемый альдегид летуч, то навеску необходимо брать в раствор солянокислого гидроксиламина.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ, АЛИФАТИЧЕСКИХ И АЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АЛЬДЕГИДОВ (α-амилкоричный альдегид, фенилацетальдегид, мирценаль и др.)

4.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные аналитические I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Колба плоскодонная по ГОСТ 25336—82 вместимостью 75—100 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 см³.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 1,0 моль/дм³ раствор в 85%-ном этиловом спирте (7 г солянокислого гидроксиламина растворяют в 15 см³ дистиллированной воды и добавляют 85 см³ этилового спирта).

Калия гидроокись чистый, 0,5 моль/дм³ спиртовой раствор.

Бромфеноловый синий, 0,1%-ный раствор в 20%-ном этиловом спирте (0,1 г бромфенолового синего растворяют при нагревании в 20 см³ этилового спирта и добавляют 80 см³ воды).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.1.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

4.1.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

4.2. Проведение анализа

0,2—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания альдегида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 10 см³ этилового спирта, 20 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и сразу же титруют выделившуюся соляную кислоту спиртовым раствором щелочи в присутствии бромфенолового синего до зелено-желтой окраски, соответствующей цвету окраски контрольного опыта, который проводят параллельно рабочему.

4.3. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20},$$

где: V — объем точно 0,5 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, израсходованный на титрование соляной кислоты, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, израсходованный на нейтрализацию солянокислого гидроксиламина, см³;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в п. 3.4.

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ И НЕКОТОРЫХ ЗАМЕЩЕННЫХ АЛЬДЕГИДОВ

(ацетофенон, ветинон, ирисаль, ментон, эженаль и др.)

5.1. Сущность метода

Метод основан на количественном образовании оксимов при взаимодействии солянокислого гидроксиламина с соединениями, имеющими в своем составе карбонильную группу. Карбониль-

ные соединения определяют по количеству гидроксиламина, вступившего в реакцию.

Массовую долю кетонов выражают карбонильным числом (гидроксиламиновым числом), т. е. количеством миллиграммов гидроокиси калия эквивалентного гидроксиламину, необходимого для оксимирования 1 г анализируемого вещества, или в процентах.

5.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 $см^3$, с пришлифованным воздушным холодильником.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 $см^3$.

Баня водяная.

Электроплитка или горелка газовая.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 0,5 моль/$дм^3$ раствор в 60%-ном этиловом спирте; 1,0 моль/$дм^3$ раствор в 85%-ном этиловом спирте.

Калия гидроокись чистый, 0,5 моль/$дм^3$ раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,5 моль/$дм^3$ раствор.

Бромфеноловый синий, 0,1%-ный раствор в 20%-ном этиловом спирте.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

5.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

5.3. Проведение анализа

0,2—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания карбонильного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 20 $см^3$ раствора солянокислого гидроксиламина (1,0 моль/$дм^3$ раствор в 85%-ном спирте при определении замещенных циклических кетонов и 0,5 моль/$дм^3$ раствор во всех других случаях), из бюретки 10—15 $см^3$ раствора гидроокиси калия и 8—10 капель бромфенолового синего. Колбу соединяют с воздушным холодильником и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч (при определении замещенных циклических кетонов в течение 2 ч). Параллельно проводят контрольный опыт. После охлаждения титруют избыток гидроксиламина-основания серной кислотой сначала в контрольном, а затем в рабочем опыте до одинаковой зелено-желтой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю карбонильного соединения (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса карбонильного соединения;

m — масса навески вещества, г.

5.4.2. Карбонильное число (гидроксиламиновое число) (X_3) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 28}{m},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1,5% — для продуктов с массовой долей карбонильного соединения более 50%;

1,0% — для продуктов с массовой долей карбонильного соединения от 10 до 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей карбонильного соединения менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ МЕТОДОМ ОКСИМИРОВАНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ (цитраль, цитронеллаль, ванилин и др.)

6.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

pH-метр любой марки с набором электродов.

Микробюретка по ГОСТ 20292—74.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³, с пришлифованным воздушным холодильником.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Стакан для титрования по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—150 см³, диаметром не менее 5 см.

Мешалка магнитная.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 0,5 моль/дм³ раствор в 60%-ном этиловом спирте и 1 моль/дм³ раствор в 85%-ном этиловом спирте (pH 3,5—4,0).

Калия гидроокись чистый, 0,5 и 0,2 моль/дм³ спиртовые растворы.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Перед определением pH-метр проверяют согласно инструкции, приложенной к прибору.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.1.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

6.1.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

6.2. Проведение анализа

0,2—0,5 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания карбонильного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в стакан для титрования, приливают цилиндром 15 см³ этилового спирта, нейтрализуют до pH 3,5—4,0, а затем приливают 20 см³ раствора солянокислого гидроксиламина. В стакан опускают электроды и при постоянном перемешивании титруют потенциометрически выделившуюся соляную кислоту раствором щелочи до pH 3,5—4,0.

Растворы щелочи прибавляют к титруемому раствору в начале порциями по 1—2 см³, а затем вблизи точки эквивалентности, порциями по 0,1 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_4) в процентах вычисляют по формуле, указанной в п. 3.4, или при титровании 0,2 моль/дм³ раствором по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot M}{m \cdot 50},$$

где V — объем точно 0,2 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения

между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в п. 3.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ МЕТОДОМ ОКСИМИРОВАНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ (ветинон, ацетофенон и др.)

7.1. Аппаратура и реактивы по п. 6.1 и кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,5 или 0,2 моль/дм³ растворы.

7.2. Проведение анализа

0,2—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания кетона) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 20 см³ раствора солянокислого гидроксиламина (1,0 моль/дм³ раствор в 85%-ном спирте при определении двух- или четырехзамещенных циклических кетонов и 0,5 моль/дм³ раствор во всех других случаях) и из бюретки 10—15 см³ 0,5 моль/дм³ или 0,2 моль/дм³ раствора щелочи. Колбу соединяют с воздушным холодильником и нагревают на кипящей водяной бане. Время указано в нормативно-технической документации. По охлаждении колбы реакционную смесь количественно переносят в стакан для титрования (колбу промывают 10 см³ этилового спирта в два приема). В стакан опускают электроды и титруют гидроксиламин-основание серной кислотой при постоянном перемешивании до pH 3,5—4,0. До такого же pH титруют гидроксиламин-основание в контрольном опыте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

7.3. Обработка результатов

Массовую долю карбонильного соединения (X_5) в процентах вычисляют по формуле, указанной в п. 5.4, или при титровании 0,2 моль/дм³ раствором по формуле

$$X_5=\frac{(V-V_1)\cdot M}{m\cdot 50},$$

где V — объем точно 0,2 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,2 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса карбонильного соединения;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в п. 5.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ МЕТОДОМ ОКСИМИРОВАНИЯ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ЩЕЛОЧЬЮ (ионон, метилионон, иралия, гераниевое масло)

8.1. Сущность метода

Метод основан на реакции оксимирования кетона после удаления примесей. Примеси удаляют обработкой кетона 0,5 моль/дм³ раствором щелочи.

8.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³, с пришлифованным воздушным холодильником.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

pH-метр любой марки с набором электродов.

Стакан для титрования по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см³.

Мешалка магнитная.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 0,5 моль/дм³ раствор в 60%-ном этиловом спирте.

Калия гидроокись чистый, 0,5 моль/дм³ спиртовой раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,5 моль/дм³ раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Бромфеноловый синий (индикатор), 0,1%-ный раствор в 20%-ном этиловом спирте.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

8.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

8.3. Проведение анализа

0,3—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания кетона) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают 15 см³ этилового спирта и из бюретки 3 см³ раствора гидроокиси калия. Нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин, избыток щелочи титруют раствором серной кислоты до появления зелено-желтой окраски при применении в качестве индикатора бромфенолового синего.

К нейтральному раствору приливают 20 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и точно 10 см³ раствора гидроокиси калия, смесь нагревают в течение 30 мин. После охлаждения титруют потенциометрически избыток гидроксиламина-основания серной кислотой до pH 4,2—4,3 или до зелено-желтой окраски в присутствии индикатора бромфенолового синего. Параллельно проводят контрольный опыт.

8.4. Обработка результатов

Массовую долю кетона (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса кетона;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в п. 5.4.

8.3, 8.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ РЕАКЦИИ ШИФФА (цитраль, эженаль, бензальдегид и др.)

9.1. Сущность метода

Метод основан на определении воды, выделяющейся при взаимодействии альдегида с анилином.

9.2. Аппаратура и реактивы

Колба грушевидная, вместимостью 75 см³ по ГОСТ 25336—82.

Холодильник Либиха по ГОСТ 25336—82.

Колба-приемник по ГОСТ 25336—82.

Аллонж с хлоркальциевой трубкой.

Трубка соединительная.

Баня со сплавом Вуда.

Пипетки автоматические, вместимостью 10 и 15 см³.

Реактив Фишера или реактив Ван-дер-Мюллена (приготовление реактива по ГОСТ 14618.6—78).

Анилин по ГОСТ 5819—78, 15%-ный раствор в бензоле.

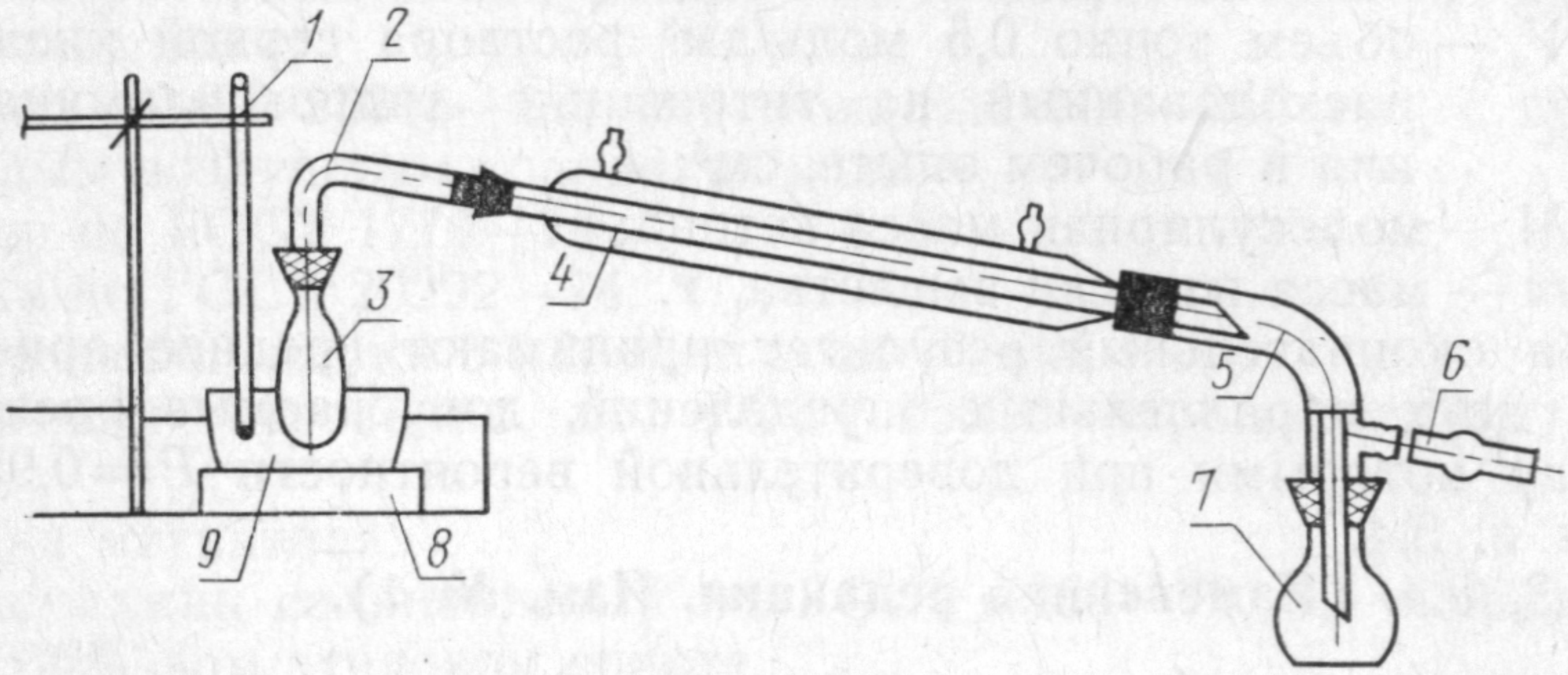
Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

9.3. Проведение анализа

0,1—0,5 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания альдегида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в грушевидную колбу, приливают автоматической пипеткой 15 см³ раствора анилина в бензоле. Колбу соединяют с холодильником, имеющим аллонж и приемник, и помещают в баню со сплавом

Вуда (см. черт 1), температуру бани доводят до 150°С и плитку выключают. Температура бани не должна превышать 175° С. Колбу вынимают из бани, отсоединяют и через перевернутую соединительную трубку промывают холодильник из автоматической пипетки 10 см³ метанола, собирая его в приемник. Выделившуюся при реакции воду титруют реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена. Титрование проводят визуально или электрометрически (ГОСТ 14618.6—78).



1 — термометр; *2* — соединительная трубка; *3* — грушевидная колба вместимостью 75 мл; *4* — холодильник Либиха; *5* — аллонж; *6* — хлоркальциевая трубка; *7* — колба-приемник; *8* — закрытая плитка; *9* — баня со сплавом Вуда

Черт. 1

Параллельно проводят контрольный опыт, определяя содержание воды во взятых реактивах без отгонки по ГОСТ 14618.6—78.

9.4. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \left[\frac{(V-V_1)\cdot T\cdot 100}{m} - W\right]\frac{M}{18},$$

где V — объем реактива, израсходованный на титрование воды в рабочем опыте, см³;

V_1 — объем реактива, израсходованный на титрование воды в реактивах, взятых для определения, см³;

W — содержание воды в продукте, %;

T — титр реактива для титрования;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ приведены в п. 5.4.

9.3, 9.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ И КЕТОНОВ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

10.1. Сущность метода

Метод основан на определении суммы альдегида и кетона методом оксимирования и определении альдегида по реакции Шиффа.

10.2. Определение суммы альдегида и кетона проводят по разд. 5 и рассчитывают на молекулярную массу альдегида (X_2).

10.3. Определение альдегида (X_7) проводят по разд. 9.

10.4. Массовую долю кетона (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = (X_2 - X_7) \cdot \frac{M_1}{M},$$

где X_2 — массовая доля альдегида и кетона, %;

X_7 — массовая доля альдегида, %;

M_1 — молекулярная масса кетона;

M — молекулярная масса альдегида.

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ И АЦЕТАЛЕЙ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

11.1. Сущность метода

Метод основан на определении свободного альдегида по реакции Шиффа и суммы альдегидов по реакции с солянокислым гидроксиламином после гидролиза ацеталя.

11.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 0,5 моль/дм^3 раствор в 60%-ном этиловом спирте или 1 моль/дм^3 раствор в 85%-ном этиловом спирте.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Метиловый оранжевый (пара-диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 0,1%-ный раствор.

Бромфеноловый синий, 0,1%-ный раствор в 20%-ном этиловом спирте.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

11.3. Проведение анализа

0,2—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания альдегида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу. Цилиндром приливают 20 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина и из бюретки 5—10 см^3 0,5 моль/дм^3 серной кисло-

ты. Колбу нагревают на водяной бане в течение 1 ч. Выделившуюся соляную кислоту и взятую серную после охлаждения титруют раствором щелочи в присутствии метилового оранжевого или бромфенолового синего. Параллельно проводят контрольный опыт.

11.2, 11.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

11.4. Определение альдегида (X_7) проводят по разд. 9.

11.5. Обработка результатов

Массовую долю карбонильных соединений (альдегида и ацеталя) (X_9), рассчитанную на молекулярную массу альдегида (M), в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 н. раствора щелочи, израсходованный на титрование кислот, см^3;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм^3 раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты в контрольном опыте, см^3;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

Массовую долю ацеталя (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = (X_9 - X_7) \cdot \frac{M_1}{M},$$

где X_9 — массовая доля альдегида и ацеталя, %;

X_7 — массовая доля альдегида, %;

M_1 — молекулярная масса ацеталя;

M — молекулярная масса альдегида.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в п. 5.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ И КЕТАЛЕЙ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

12.1. Сущность метода

Метод основан на определении суммы кетона и кеталя по реакции с солянокислым гидроксиламином после гидролиза кеталя и определении свободного кетона по реакции с солянокислым гидроксиламином в щелочной среде.

12.2. Определение суммы кетона и кеталя (X_{11}) проводят по разд. 11 методом оксимирования в кислой среде. Время нагревания указывается в нормативно-технической документации.

12.3. Определение кетонов (X_2) проводят методом оксимирования в щелочной среде.

12.4. Аппаратура и реактивы — по п. 5.2.

12.5. Проведение анализа

0,2—0,4 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания кетона) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают из бюретки 10 см³ гидроокиси калия, 20 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и 8—10 капель бромфенолового синего. В зависимости от строения кетона реакционную смесь или прямо титруют серной кислотой, или нагревают предварительно на кипящей водяной бане в течение 1 ч, соединив колбу с обратным холодильником. Параллельно проводят контрольный опыт. По охлаждении титруют избыток гидроксиламина-основания серной кислотой сначала в контрольном опыте, а затем в рабочем до одинаковой зелено-желтой окраски.

12.6. Обработка результатов

Массовую долю кетона (X_2) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 5.4.

Массовую долю кеталя (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = (X_{11} - X_2) \cdot \frac{M_1}{M},$$

где X_{11} — массовая доля кетона и кеталя, %;

X_2 — массовая доля кетона, %;

M_1 — молекулярная масса кеталя;

M — молекулярная масса кетона.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в п. 5.4.

12.5, 12.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

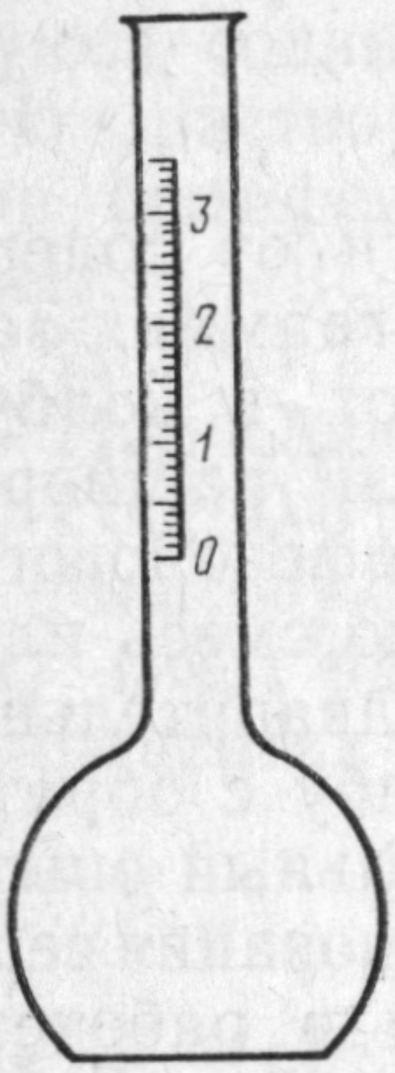
13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ БИСУЛЬФИТНЫМ МЕТОДОМ

13.1. Сущность метода

Метод основан на свойстве альдегидов образовывать с раствором бисульфита натрия растворимые в воде соединения.

13.2. Аппаратура и реактивы

Колба Кассиа (см. черт. 2), вместимостью 100 см³, с ценой деления 0,1 см³.



Черт. 2

Пипетка по ГОСТ 1770—74, вместимостью 5 см³.

Баня водяная.

Натрий бисульфит технический по ГОСТ 902—76, 10%-ный водный раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

13.3. Проведение анализа

5 см³ анализируемого вещества приливают пипеткой в колбу Кассиа, добавляют 70 см³ 10%-ного раствора бисульфита натрия. Содержимое колбы нагревают на водяной бане до 50—60° С при частом встряхивании в течение 15 мин. Затем, постепенно прибавляя раствор бисульфита натрия, переводят непрореагировавшую часть масла в горло колбы. Мелкие капли, прилипшие к стенкам и горлу колбы, заставляют подниматься легким постукиванием и вращением колбы. Охлаждают колбу до комнатной температуры и измеряют объем непрореагировавшего вещества в градуированной части колбы.

13.4. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_{13}) в объемных процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{(5 - V) \cdot 100}{5},$$

где V — объем вещества, не вошедший в реакцию, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 1,0% — для продуктов с содержанием альдегидов от 10 до 50%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ (цитраль, бензальдегид, ванилин, ионон и др.)

14.1. Сущность метода

Полярографический метод основан на восстановлении карбонильных соединений на ртутно-капельном электроде.

14.2. Аппаратура и реактивы

Полярограф.

Трубка U-образная стеклянная, с коленом длиной 10—15 см, диаметром 3—5 см.

Капилляр, скорость вытекания ртути должна составлять 1 каплю за 3—5 с.

Стаканчики для электролиза по ГОСТ 25336—82, вместимостью 10—25 см³.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 см³.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, 1 моль/дм³ раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,5 моль/дм³ раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Ртуть хлористая.

Агар пищевой по ГОСТ 16280—70.

14.3. Подготовка к анализу

Каломельный электрод готовят следующим образом: одну-две капли очищенной ртути растирают в фарфоровой чашке с небольшим количеством хлористой ртути (взятой на кончик ножа) до получения темно-серой массы; полученную пасту промывают несколько раз раствором хлористого калия.

В электрод помещают сначала ртуть так, чтобы она заполнила дно сосуда, сверху заливают каломель, растертую со ртутью, и затем раствор хлористого калия (можно вливать раствор после промывания каломельной пасты).

Агаровый мостик готовят следующим образом: 3 г агара кипятят со 100 см³ воды в фарфоровой чашке; к полученному коллоидному раствору прибавляют при перемешивании 10 г хлористого калия. Теплую жидкую массу заливают в U-образные стеклянные трубки.

Очистка ртути: ртуть промывают 3%-ным раствором азотной кислоты, а затем водой, спиртом и серным эфиром. Затем ртуть фильтруют через бумажный фильтр, в котором сделаны отверстия с помощью иголки. Ртуть должна иметь чистую зеркальную поверхность.

Построение калибровочного графика: снимают полярограмму эталонного раствора анализируемого карбонильного соединения разных концентраций.

В мерную колбу помещают навеску анализируемого вещества, содержащую 0,1 г карбонильного соединения и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г. Растворяют в 5—10 см³ спирта, доводят спиртом до метки и хорошо перемешивают.

В три стаканчика-электролизера наливают пипеткой соответственно 1, 2, 3 см³ раствора, добавляют в каждый стаканчик спирт до объема 4 см³ и 2 см³ раствора соляной кислоты.

В стакан опускают электрод и снимают полярограмму при такой чувствительности гальванометра, при которой для 1 см³ раствора образца высота волны не превышает 25 мм.

Такие измерения необходимо производить для 2—3 навесок образцового соединения.

По полученным данным строят калибровочный график, откла-

дывая по оси абсцисс концентрацию в граммах на кубический сантиметр, а по оси ординат длину волны в миллиметрах, или вычисляют значение 1 мм высоты волны полярограммы в граммах образцового вещества (X_{14}) по формуле

$$X_{14} = \frac{m \cdot V}{V_1 \cdot h},$$

где V_1 — объем колбы, мл;

V — объем раствора, взятый для измерения, см^3;

h — высота волны, мм;

m — масса навески карбонильного соединения (образца), г.

14.4. Проведение анализа

Анализируемое вещество, содержащее около 0,1 г карбонильного соединения, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу, затем растворяют в 3—5 см^3 этилового спирта и доводят объем спирта до метки. Хорошо перемешивают и снимают полярограммы раствора в тех же концентрациях, как и для образца, и при той же чувствительности гальванометра. Высоты волн полученных полярограмм и полярограмм образца должны быть близкими по величине. В противном случае следует величину навески анализируемого вещества изменить.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

14.5. Обработка результатов

Массовую долю карбонильного соединения (X_{15}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{15} = \frac{X_{14} \cdot V \cdot 100 \cdot h}{V_1 \cdot m},$$

где X_{14} — значение 1 мм полярограммы для чистого образца, г;

V — объем колбы, см^3;

V_1 — объем раствора, взятый для измерения, см^3;

h — высота волны, мм;

m — масса навески вещества, г.

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ГОСТ 14618.3—78*

Методы определения перекисей

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of peroxides

Взамен ГОСТ 14618.3—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3171 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3762 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения гидроперекисей, диацилперекисей и диалкилперекисей.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРО — И ДИАЦИЛПЕРЕКИСЕЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления йодистоводородной кислоты кислородом, выделяющимся при разложении перекиси в кислой среде. Массовая доля перекисей выражается в процентах активного кислорода или в процентах, рассчитанных на молекулярную массу перекиси.

2.2. Аппаратура и реактивы

Колба коническая по ГОСТ 25336—82, с пришлифованной пробкой.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

Баня водяная.
Бюретка по ГОСТ 20292—74.
Холодильник воздушный.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная.
Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79.
Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, насыщенный раствор.
Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 и 0,01 моль/дм³ растворы (при содержании перекисей до 0,1%).
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
(Измененная редакция, Изм. № 1).
2.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83
2.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**
2.3. Проведение анализа
0,2—2 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания перекиси) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 10 см³ ледяной уксусной кислоты и добавляют 2 г двууглекислого натрия. Как только прекращается выделение пузырьков углекислого газа, колбу закрывают пробкой, помещают в темное место на 10—15 мин и затем наливают 2 см³ насыщенного раствора йодистого калия. При определении гидроперекисей колбу помещают в темное место на 15—60 мин (в зависимости от строения перекиси), а при определении диацилперекисей нагревают с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 1 ч., при этом определяются и гидроперекиси. Затем содержимое колбы разбавляют 50 см³ воды и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, применяя в качестве индикатора раствор крахмала. Параллельно проводят контрольный опыт.
2.4. Обработка результатов
2.4.1. Массовую долю перекиси (X) в процентах вычисляют по формулам при титровании 0,1 моль/дм³ раствором

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 200};$$

при титровании 0,01 моль/дм³ раствором

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 2000},$$

где V — объем точно 0,1 или 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 или 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

M — молекулярная масса перекиси;

m — масса навески вещества, г.

2.4.2. Массовую долю перекиси (X_1) в процентах активного кислорода вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 16}{m \cdot 200},$$

где 16 — атомная масса кислорода.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1% — для продуктов с массовой долей перекисей более 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей перекисей от 10 до 50%;

0,2% — для продуктов с массовой долей перекисей менее 10%.

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИАЛКИЛПЕРЕКИСЕЙ (качественная реакция)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного соединения перекисей с сульфатом или хлоридом N_1N-диметил-*n*-фенилендиамина.

3.2. Аппаратура и реактивы

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

N_1N-диметил-*n*-фенилендиаминсульфат или хлорид, ч., 0,3%-ный раствор в метаноле (0,3 г сульфата N_1N-диметил-*n*-фенилендиамина растворяют в 10 см³ дистиллированной воды и приливают 90 см³ метанола.)

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3.3. Проведение анализа

К 2—5 см³ раствора анализируемого продукта, взятого в пробирку, приливают 5 см³ раствора хлорида или сульфата N_1N-диметил-*n*-фенилендиамина. Смесь встряхивают и выдерживают 5 мин при рассеянном свете и температуре 18—20° С. Затем сравнивают окраску реакционной массы с окраской такого же количества сернокислого N_1N-диметил-*n*-фенилендиамина в водном метаноле. Если окраска реакционной массы имеет красный оттенок, значит анализируемый продукт содержит диалкилперекиси.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИАЛКИЛПЕРЕКИСЕЙ

4.1. Сущность метода

Метод основан на определении воды, выделяющейся при взаимодействии перекисей с анилином.

4.2. Аппаратура и реактивы

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³, с пришлифованной пробкой.

Пипетки автоматические, вместимостью 10—15 см³.

Реактив Фишера или реактив Ван-дер-Мюллена (приготовление реактива по ГОСТ 14618.6—78).

Анилин по ГОСТ 5819—78, 15%-ный раствор в бензоле.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

4.3. Проведение анализа

0,1—2,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания перекиси) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают автоматической пипеткой 15 см³ раствора анилина в бензоле. Колбу закрывают пробкой и оставляют при комнатной температуре на 15 мин. Затем приливают автоматической пипеткой 10 см³ метанола. Титруют выделившуюся при реакции воду реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена. Титрование проводят визуально или электрометрически (ГОСТ 14618.6—78). Параллельно проводят контрольный опыт. В отдельной навеске определяют содержание воды в анализируемом продукте.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю перекиси (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\left[\frac{(V-V_1)\cdot T\cdot 100}{m}-W\right]\cdot\frac{M}{18},$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в рабочем опыте, см³;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в контрольном опыте, см³;

T — титр реактива Фишера;

M — молекулярная масса перекиси;

m — масса навески вещества, г;

18 — молекулярная масса воды;

W — массовая доля воды в продукте, %.

4.4.2. Массовую долю перекиси (X_3) в процентах активного кислорода вычисляют по формуле

$$X_3=\left[\frac{(V-V_1)\cdot T\cdot 100}{m}-W\right]\cdot\frac{16}{18},$$

где 16 — атомная масса кислорода.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

1% — для продуктов с массовой долей перекисей более 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей перекисей от 10 до 50%;

0,2% — для продуктов с массовой долей перекисей менее 10%.

4.3, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения ненасыщенных соединений

ГОСТ 14618.4—78*

Essential oils, aromatics and their intermediates.
Methods for determination of unsaturated compounds

Взамен
ГОСТ 14618.4—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3171 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3765 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения ненасыщенных соединений бромированием и роданированием.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕНАСЫЩЕННЫХ СОЕДИНЕНИЙ БРОМИРОВАНИЕМ (гераниол, цитронеллол, коричный спирт)

2.1. Сущность метода

Метод основан на присоединении двух атомов брома по двойной связи ненасыщенных соединений и дальнейшем определении избытка брома титрованием раствором тиосульфата натрия.

Массовая доля ненасыщенных соединений выражается бромным или йодным числом, т. е. количеством грамм брома (йода), присоединившегося к 100 г анализируемого вешества, или в процентах.

2.2. Аппаратура и реактивы.

Шкаф сушильный лабораторный.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания — не более 200 г.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Бутыль из темного стекла.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³, с пришлифованной пробкой.

Пипетка автоматическая, вместимостью 20 см³.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 10%-ный раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Натрий бромистый по ГОСТ 4169—76.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.1. *Приготовление раствора брома в метаноле, насыщенном бромистым натрием*

1 дм³ метанола насыщают при комнатной температуре бромистым натрием (около 140 г). Раствор хорошо встряхивают и оставляют стоять не менее 24 ч., периодически перемешивая. К профильтрованному или декантированному раствору приливают 3 см³ брома, перемешивают и оставляют на 3—4 ч, после чего реактив готов к применению. Раствор готовят в вытяжном шкафу.

2.2.2. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

0,1—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания ненасыщенного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100—250 см³ с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 20 см³ раствора брома в метаноле, насыщенном бромистым натрием, и, закрыв пробкой, оставляют в темном месте на время от 1 до 24 ч в зависимости от строения анализируемого ненасыщенного соединения. Параллельно проводят контрольный опыт. Если раствор обесцветился, следует добавить в рабочую и контрольную пробы еще по 20 см³ раствора брома в метаноле.

По истечении времени, необходимого для бромирования, в колбу приливают 10 см³ раствора йодистого калия, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Бромное число (X) в граммах брома на 100 г анализируемого вещества вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}8}{m}.$$

2.4.2. Массовую долю ненасыщенного соединения (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 200},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, мл;

M — молекулярная масса ненасыщенного соединения;

0,8 — количество брома, соответствующее 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, г;

m — масса навески вещества, г.

При определении йодного числа вместо 0,8 следует брать 1,27.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1% — для продуктов с массовой долей ненасыщенных соединений более 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей ненасыщенных соединений от 10 до 50%;

0,3% — для продуктов с массовой долей ненасыщенных соединений менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕНАСЫЩЕННЫХ СОЕДИНЕНИЙ РОДАНИРОВАНИЕМ (изоэвгенол, диметилбутадиен, анетол, анисовое масло)

3.1. Сущность метода

Метод основан на присоединении родана по двойной связи ненасыщенных соединений и дальнейшем определении избытка родана.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Шкаф сушильный лабораторный.

Бюретка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 50 см³.

Воронка Бюхнера для фильтрования, фарфоровая.
Эксикатор по ГОСТ 25336—82.
Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см^3, с пришлифованной пробкой.
Пипетка автоматическая, вместимостью 20 см^3.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.
Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77.
Бром по ГОСТ 4109—79.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 10%-ный раствор.
Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная, или кислота, перегнанная с уксусным ангидридом, с температурой кипения 118—120° С.
Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор.
Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 моль/дм^3 раствор.
Свинец роданистый.
Для получения роданистого свинца:
свинец уксуснокислый по СТ СЭВ 263—76.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.
Эфир этиловый.
Ангидрид фосфорный.
Калий роданистый по ГОСТ 4139—75.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1. *Приготовление роданистого свинца*

100 г уксуснокислого свинца растворяют при подогревании в 150 см^3 воды, подкисляют уксусной кислотой до прозрачности раствора. К этому раствору добавляют 63 г роданистого калия. Полученный осадок роданистого свинца переносят на воронку Бюхнера и тщательно промывают водой (два раза по 500 см^3), затем 200 см^3 96%-ного этилового спирта и 100 см^3 этилового эфира.

Осадок переносят в кристаллизатор или фарфоровую чашку и высушивают сначала на воздухе при 20° С, затем в сушильном шкафу в течение 15—20 мин при температуре не выше 60—65° С и переносят в эксикатор, где выдерживают в темноте над фосфорным ангидридом не менее суток.

3.2.1.а Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

3.2.1.а **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3.2.2. *Приготовление раствора родана*

8 г сухого роданистого свинца взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в колбу вместимостью 250 см^3 с пробкой. В колбу вливают 180 см^3 ледяной уксусной кислоты и 20 см^3 уксусного ангидрида, смесь хорошо перемешивают и оставляют в

темном месте на 24 ч (при систематической работе следует заготовить большое количество таких смесей и хранить их в темноте до того времени, когда потребуется готовить раствор родана).

В колбу, содержащую роданистый свинец в смеси уксусной кислоты и уксусного ангидрида, добавляют пипеткой 0,7 см³ сухого брома, закрывают пробкой и встряхивают до тех пор, пока раствор не обесцветится (20—40 мин).

Осадку дают осесть и раствор фильтруют через двойной бумажный фильтр. Воронка и фильтр должны быть предварительно просушены в течение 20 мин при 110° С.

Раствор родана следует готовить отдельными порциями, по мере необходимости, так как он быстро портится.

3.3. Проведение анализа

0,1—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания ненасыщенного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100—250 см³ с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 20 см³ раствора родана, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют в темном месте на время от 5 мин до 24 ч в зависимости от строения анализируемого ненасыщенного соединения. Затем приливают 10 см³ раствора йодистого калия, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Родановое число (X_2), выраженное через бромное число в граммах брома на 100 г анализируемого вещества, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}8}{m}.$$

3.4.2. Массовую долю ненасыщенного соединения (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 200},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса ненасыщенного соединения;

0,8 — количество брома, соответствующее 1 см^3 0,1 моль/дм^3, раствора тиосульфата натрия, г;

m — масса навески вещества, г.

При определении йодного числа вместо 0,8 следует брать 1,27.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

УДК 668.5:543.544:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ГОСТ 14618.5—78*

Газохроматографический метод анализа

Essential oils, aromatics and their intermediates.
Method of analysis by gaschromatography

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Взамен
ГОСТ 14618.5—69,
ГОСТ 14618.8—69
разд. 11

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3169 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3766 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает газохроматографический метод анализа этих веществ.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый с детектором по теплопроводности или ионизации в пламени.

Колонка газохроматографическая U-образная или спиральная из нержавеющей стали или стекла длиной 100—300 см, внутренним диаметром 0,3—0,4 см.

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

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

Линейка логарифмическая по ГОСТ 5161—72.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83.

Интегратор цифровой автоматический для обработки хроматограмм типа И-02.

Газ-носитель — азот, сжатый в баллоне по ГОСТ 9293—74 (для детектора ионизации в пламени) или гелий газообразный высшей очистки 99—99,5% (для детектора по теплопроводности).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

Водород технический марки А по ГОСТ 3022—80 или электролитический, получаемый от генератора водорода типа СГС-2.

Воздух технический по ГОСТ 17433—80.

Носитель твердый — хромосорб W-AW или W-AW-ДМCS, частицами размером 0,20—0,25 мм (60—80 меш) или 0,16—0,20 мм (80—100 меш).

Хроматон N-AW или N-AW-ДМCS, частицами размером 0,16—0,20 или 0,20—0,25 мм.

В особых случаях допускается применение других носителей или готовых насадок.

Фаза неподвижная — апиезон Л, полидиэтиленгликольадипинат, связанный с пентаэритритом (LAC-2R—446), полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 (ПЭГ 20М, карбовакс 20М), силикон SE-30, силикон XE-60, полипропиленгликольадипинат (реоплекс-400). Для полиэфирных фаз (LAC-2R-446, реоплекс-400) допустимое кислотное число — не более 3.

В особых случаях допускается применение других неподвижных фаз или готовых насадок.

Растворители для неподвижных фаз — петролейный эфир (для апиезона Л), хлороформ по ГОСТ 20015—74 (для SE-30 и ПЭГ 20М), ацетон по ГОСТ 2603—79 (для реоплекса-400, XE-60, LAC-2R-446).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Эфир этиловый медицинский.

Колба КП-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. **Приготовление насадки**

Для газохроматографической колонки насадку приготовляют следующим образом: в колбу КП-1—500 засыпают твердый носитель, затем приливают раствор неподвижной фазы в соответствующем растворителе. Растворитель берут в таком количестве, чтобы он полностью покрыл носитель. Колбу закрывают ватным тампоном и оставляют на 2 ч при периодическом встряхивании. Далее под вакуумом (15—20 мм рт. ст) и при нагревании на водяной бане отгоняют растворитель. Готовая насадка должна быть сыпучей и не иметь комков. Указанный процент неподвижной фазы эквивалентен числу граммов неподвижной фазы, отнесенной к 100 г носителя. Результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Приготовление колонки**

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

После окончания промывки колонку высушивают под вакуумом (15—20 мм рт. ст.) и при нагревании при 60—80° С. Для заполнения U-образной колонки приготовленную насадку засыпают через воронку небольшими порциями попеременно в оба конца колонки при периодическом постукивании. При заполнении спиральной колонки один ее конец закрывают тампоном из стеклянной ваты и присоединяют его к вакуум-насосу (15—20 мм рт. ст.). В другой конец колонки через воронку небольшими порциями присыпают насадку, уплотняя ее постукиванием по колонке резиновым шлангом. После заполнения концы колонки закрывают тампонами из стеклянной ваты.

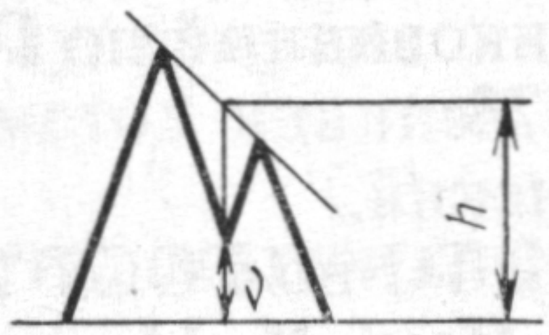
Количество насадки, израсходованное на заполнение колонки длиной 100 см и внутренним диаметром 0,3 см, составляет (2,1±0,2) г при использовании хромосорба W-AW и W-AW-ДМСS и (2,6±0,2) г при использовании хроматона N—AW и N-AW-ДМСS.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. **Определение показателей работы колонки**

2.3.1. Определение степени разделения



Черт. 1

Для определения степени разделения двух пиков (P) проводят линию, соединяющую максимумы пиков. Из минимума между двумя пиками (черт. 1) проводят перпендикуляр к нулевой линии и продолжают его до пересечения с линией, соединяющей вершины пиков. Величину (P) в процентах вычисляют по формуле

$$P = \frac{100 \cdot (h - v)}{h},$$

где v — высота в точке минимума;

h — высота в точке минимума, продолженная до пересечения с прямой, соединяющей максимумы пиков.

Степень разделения P определяют в случае неполного разделения пиков, соответствующих основным веществам, для новой колонки. Далее значение P проверяют периодически перед каждой новой серией анализов. Значение P должно быть не менее 85%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.2. Определение эффективности колонки

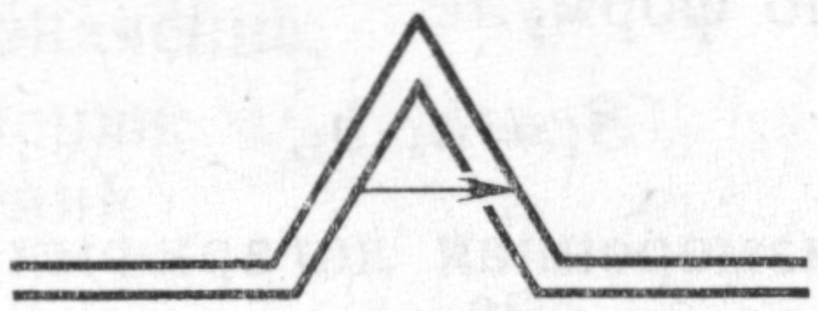
Эффективность колонки (n) характеризуют числом теоретических тарелок (т. т.) и вычисляют по формуле

$$n=5{,}54\cdot\left(\frac{d_x}{b_i}\right)^2,$$

где d_x — расстояние от максимума пика гексана до максимума пика вещества, мм;

bi — ширина пика вещества на половине высоты, мм.

В расчет принимают ширину линий, очерчивающей пик (черт. 2).



Черт. 2

Значение величины n определяют по основному анализируемому веществу в изотермическом режиме. Значение n на 100 см длины колонки должно быть в пределах 500—1000 теоретических тарелок (т.т.).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.3. *Проверка колонки на инертность*

Для анализа лабильных соединений (например, некоторых соединений терпенового ряда) используют стеклянные колонки, предварительно проверенные на инертность. Для этого при 130° С хроматографируют линалилацетат. На хроматограмме должны отсутствовать дополнительные пики, свидетельствующие о его разложении.

2.3.3 **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2.4. **Приготовление пробы**

Пробы жидких продуктов вводят в хроматограф; твердые продукты предварительно растворяют в соответствующем растворителе.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4.1. При определении относительного калибровочного коэффициента (K_i) пробу готовят следующим образом: взвешивают 0,5—1 г анализируемого вещества и добавляют к нему примерно равное количество эталонного вещества. В качестве последнего используют вещество, близкое по времени удерживания к времени удерживания анализируемого вещества. Результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

2.4.2. При использовании метода «внутреннего эталона» пробу готовят аналогичным образом (п. 2.4.1), добавляя эталон к ана-

лизируемой смеси в количестве примерно равном определяемому компоненту.

2.4.1, 2.4.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.5. **Ввод пробы в хроматограф**

Пробу анализируемого продукта 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 не менее $^2/_3$ ширины бумаги.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

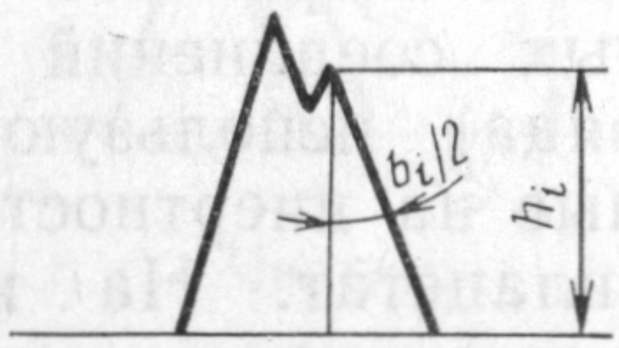
2.6. Площадь пика (S_i) на хроматограмме измеряют интегратором или вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i,$$

где h_i — высота пика, измеренная логарифмической линейкой, мм;

b_i — ширина пика на половине высоты, измеренная логарифмической линейкой (при ширине 5 мм и более) или измерительной лупой (при ширине менее 5 мм), мм.

При неполном разделении пиков (черт. 3) за ширину пика принимают удвоенную полуширину пика $\frac{b_i}{2}$, которая измеряется на половине высоты.



Черт. 3

В расчет принимают ширину линии, очерчивающей пик (см. черт. 2).

2.7. Относительный калибровочный коэффициент (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{эт}}{m_{эт} \cdot S_i},$$

где m_i — масса искомого компонента, г;

$m_{эт}$ — масса «внутреннего эталона», г;

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2;

S_i — площадь пика искомого компонента, мм^2.

Относительный калибровочный коэффициент «внутреннего эталона» принимают равным единице.

Относительный калибровочный коэффициент определяют анализом искусственной смесси. Пробу готовят по п. 2.4.1. Относительный калибровочный коэффициент является средней арифметической величиной, полученной для двух искусственных смесей, анализируемых 10 раз. Определяют среднее квадратичное отклонение (S_N) и погрешность (ε) при $N=20$ и доверительной вероятности $P=0{,}95$ по формулам

$$S_N=\sqrt{\frac{\Sigma(X_i-\overline{X})^2}{N-1}},$$

где X_i — измеряемое значение;

$\overline{X}$ — среднее значение;

N — число измерений.

$$\varepsilon=\pm\frac{2S_N}{\sqrt{N}}.$$

Значение ε для относительного калибровочного коэффициента (K) не должно превышать $\pm 0{,}03$ при K от 0,80 до 1,20.

2.6, 2.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.8. Массовую долю каждого компонента анализируемого продукта (C) в процентах методом «внутренней нормализации» вычисляют по формуле

$$C=\frac{S_i\cdot K_i\cdot 100}{\Sigma S\cdot K},$$

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2;

K_i — относительный калибровочный коэффициент определяемого компонента;

$\Sigma S\cdot K$ — сумма произведений площадей пиков на соответствующие относительные калибровочные коэффициенты всех компонентов анализируемого продукта, мм^2.

2.9. Массовую долю каждого компонента анализируемого продукта (C) в процентах методом «внутреннего эталона» вычисляют по формуле

$$C=\frac{m_{эт}\cdot S_i\cdot K_i\cdot 100}{m_i\cdot S_{эт}},$$

где $m_{эт}$ — масса «внутреннего эталона», г;

S_i — площадь пика искомого компонента, мм^2;

K_i — относительный калибровочный коэффициент;

m_i — масса навески вещества, г;

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.10. Для метода «внутренней нормализации» (п. 2.8) и метода «внутреннего эталона» (п. 2.9) определяют среднее квадратическое отклонение S_N (при $N=10$) для полученной величины С. Погрешность анализа (ε) для двух параллельных измерений рассчитывают при доверительной вероятности $P=0{,}95$ по формуле

$$\varepsilon = \pm \frac{2{,}26 \cdot S_N}{\sqrt{2}}.$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать $4S$.

2.10. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

(Раздел 3 исключен, Изм. № 1).

УДК 668.5:546.212.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения воды

ГОСТ 14618.6—78*

Essential oils, aromatics and their intermediates.
Determination of water content

Взамен
ГОСТ 14618.6—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3172 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3767, срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения воды:

качественное определение;

отгонкой с органическим растворителем;

титрованием реактивом Фишера;

титрованием реактивом Ван-дер-Мюллена;

электрометрическим титрованием.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ

2.1. Аппаратура и реактивы

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74.

Эфир петролейный обезвоженный.

2.2. Проведение анализа

В пробирку отмеривают 0,5 см^3 анализируемого вещества,

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

приливают 10 см³ обезвоженного петролейного эфира и тщательно перемешивают. Появление мутности указывает на присутствие воды.

Определение проводят при 20±0,5° С.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ ОТГОНКОЙ С ОРГАНИЧЕСКИМ РАСТВОРИТЕЛЕМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на отгонке воды из смеси вещества с растворителем, образующим азеотропную смесь с водой.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Аппарат для количественного определения воды по ГОСТ 1594—69.

Весы лабораторные технические типа ВЛТ-200.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83 или песчаная баня.

Фарфор неглазурованный, пемза прокаленная, кусочки.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или ГОСТ 9880—76.

Ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9949—76, марки А.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

3.3. Проведение анализа

10—50 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака, помещают в колбу аппарата для определения воды, прибавляют 50 или 75 см³ растворителя (толуола, ксилола или бензола). Содержимое колбы тщательно перемешивают и вносят для равномерного кипения длинные капилляры, кусочки неглазурованного фарфора или прокаленной пемзы. Колбу соединяют с приемником-ловушкой. Открытый конец приемника-ловушки соединяют с холодильником. Колбу нагревают на закрытой электроплитке или песчаной бане до кипения. Кипячение ведут так, чтобы конденсирующийся растворитель не скапливался в холодильнике, а стекал в ловушку со скоростью 2—4 капли в 1 с. При этом в приемнике вместе с растворителем собираются мелкие капли воды, которые оседают на дно приемника, а растворитель, дойдя до уровня отводной трубки, стекает обратно в колбу. Смесь кипятят до прекращения выделения воды не более 2 ч. Обогрев прекращают, холодильник смывают толуолом (2 раза по 5 см³). После охлаждения прибора до 20° С измеряют объем воды, собравшейся в приемнике.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где V — количество воды, собравшейся в приемнике, см³;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

0,5% — для продуктов с массовой долей воды от 10 до 50%;

0,2% — для продуктов с массовой долей воды от 1,0 до 10%;

0,06% — для продуктов с массовой долей воды до 1,0%.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

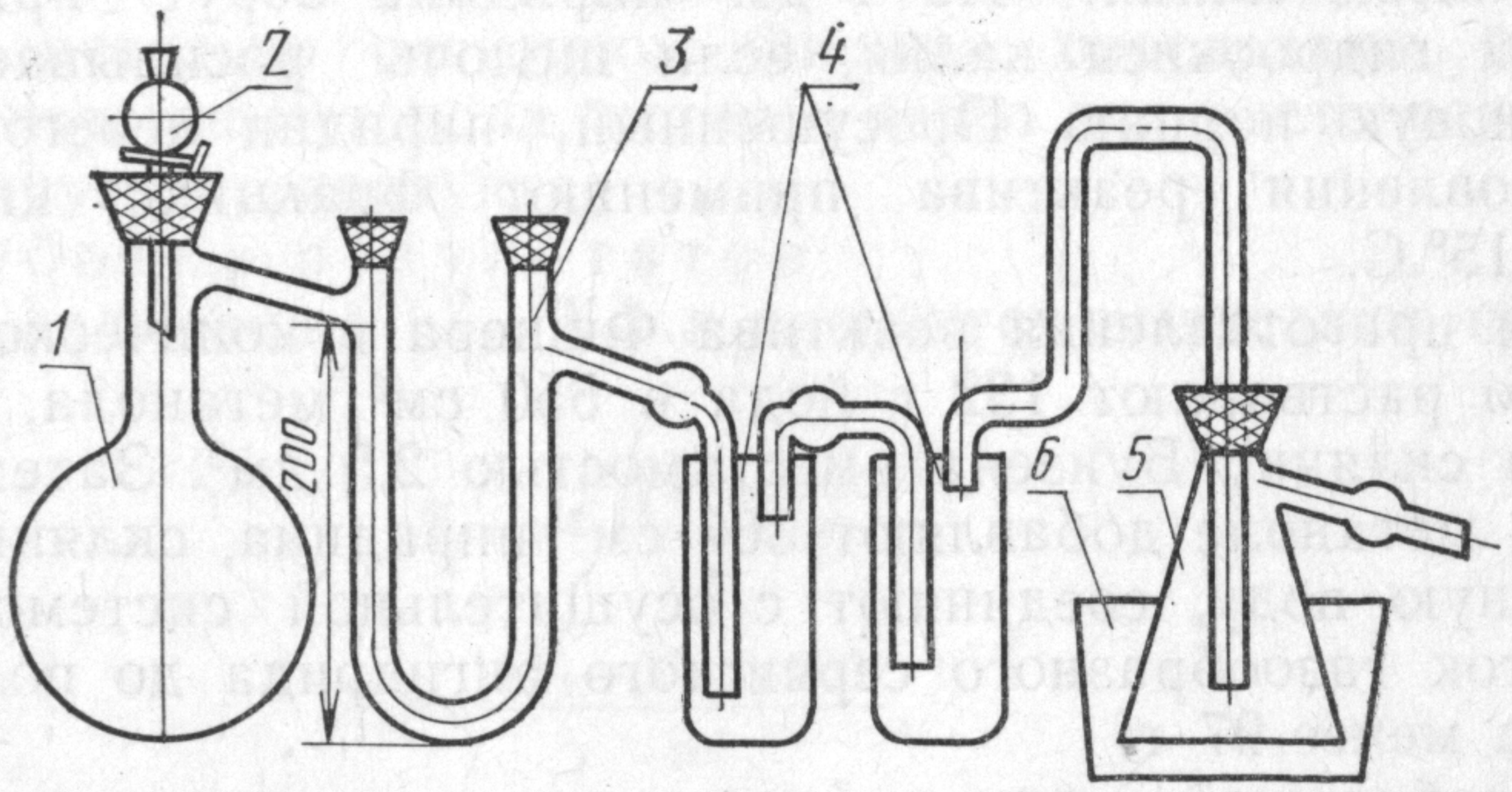
4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ ТИТРОВАНИЕМ РЕАКТИВОМ ФИШЕРА

4.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления сернистого ангидрида йодом, протекающей в присутствии воды в среде метанола и пиридина.

4.2. Аппаратура и реактивы

Прибор для приготовления реактива Фишера (схема приведена на черт. 1).



1 — колба Вюрца; *2* — капельная воронка; *3* — U-образная трубка; *4* — ловушка; *5* — склянка Бунзена; *6* — водяная баня

Черт. 1

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Колба Вюрца, вместимостью 1 дм^3.

Воронка капельная.

Трубка U-образная.

Ловушки.

Колба коническая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 1000 и 100 см^3.

Склянка Бунзена, вместимостью 2,5 дм^3.

Пипетка по ГОСТ 20292—74.

Микробюретка по ГОСТ 20292—74 с хлоркальциевой трубкой.

Баня водяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрий сернистокислый пиро по ГОСТ 10575—76.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77 или ГОСТ 2222—78.

Пиридин чистый по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—115° С.

Йод по ГОСТ 4159—79.

Ангидрид сернистый — газ.

Калия гидроокись, чистый.

Кальций хлористый 2-водный по ГОСТ 4161—77.

Медь сернокислая безводная по научно-технической документации.

Вся посуда, применяемая для определения воды, должна тщательно высушиваться и храниться в эксикаторе над хлористым кальцием.

4.2.1. *Приготовление реактива Фишера*

Для приготовления реактива Фишера необходимо применять сухие чистые исходные реактивы:

пиридин чистый, с влажностью не более 0,3%. Пиридин сушат гидроокисью калия. На 1 дм³ пиридина берут примерно 50 г твердой гидроокиси калия, если щелочь расплывается, добавляют новую порцию. Просушенный пиридин перегоняют и для приготовления реактива применяют фракцию, кипящую при 114—115° С.

Для приготовления реактива Фишера в конической колбе постепенно растворяют 132 г йода в 550 см³ метанола, раствор сливают в склянку Бунзена вместимостью 2,5 дм³. Затем к раствору йода в метаноле добавляют 366 см³ пиридина, склянку помещают в ледяную воду, соединяют с осушительной системой и пропускают ток газообразного сернистого ангидрида до получения привеса не менее 97 г.

Газообразный сернистый ангидрид получают приливанием серной кислоты из капельной воронки к раствору пиросернистокислого натрия, находящегося в колбе Вюрца, и осушают, пропуская через систему, состоящую из U-образной трубки с прокаленным хлористым кальцием, ловушки с серной кислотой и пустой ловушки (см. черт. 1).

4.2.2. Разрешается применять для определения реактив Фишера, изготовляемый в виде двух растворов.

Раствор I — двуокись серы в пиридине и раствор II — раствор йода в метаноле. При смешении этих растворов в соотношении (1 : 2,17) в соответствии с инструкцией, прилагаемой к реактиву, получают реактив Фишера с титром около 3 г/м³.

4.2.3. *Установка титра реактива Фишера*

Для установки титра реактива Фишера следует применять микробюретки с ценой деления 0,02 см³, снабженные хлоркаль-

циевой трубкой и наглухо соединенные со склянкой, содержащей реактив Фишера.

Титром реактива Фишера считают количество граммов воды, эквивалентное 1 $см^3$ реактива.

0,03—0,05 г воды взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в предварительно высушенную коническую колбу и титруют реактивом Фишера до появления бурой окраски.

Титр реактива Фишера (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески воды, г;

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, $см^3$.

4.3. Проведение анализа

0,05—5,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания воды) взвешивают, результат взвешивания в граммах записываются до четвертого десятичного знака, помещают в колбу и титруют реактивом Фишера до появления бурой окраски.

Навеска может быть растворена в 5—10 $см^3$ метанола. В этом случае предварительно реактивом Фишера определяют воду в таком же количестве метанола, которое взято для растворения навески анализируемого продукта.

4.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_1, X_2) в процентах вычисляют по формулам

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

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3) T \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в навеске, $см^3$;

V_2 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в навеске и метаноле, $см^3$;

V_3 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в метаноле, $см^3$;

T — титр реактива Фишера;

m — масса навески вещества, г.

Воду реактивом Фишера можно титровать электрометрически по разд. 6.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1% — для продуктов с массовой долей воды более 50%;
0,5% — для продуктов с массовой долей воды от 10 до 50%;
0,2% — для продуктов с массовой долей воды менее 10%.
4.3, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ ТИТРОВАНИЕМ РЕАКТИВОМ ВАН-ДЕР-МЮЛЛЕНА

5.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления сернистого ангидрида йодом в присутствии воды в среде метанола.

5.2. Аппаратура и реактивы

Прибор для приготовления реактива Ван-дер-Мюллена (см. черт. 2).

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 1000 и 100 см³.

Колба Вюрца.

Воронка капельная.

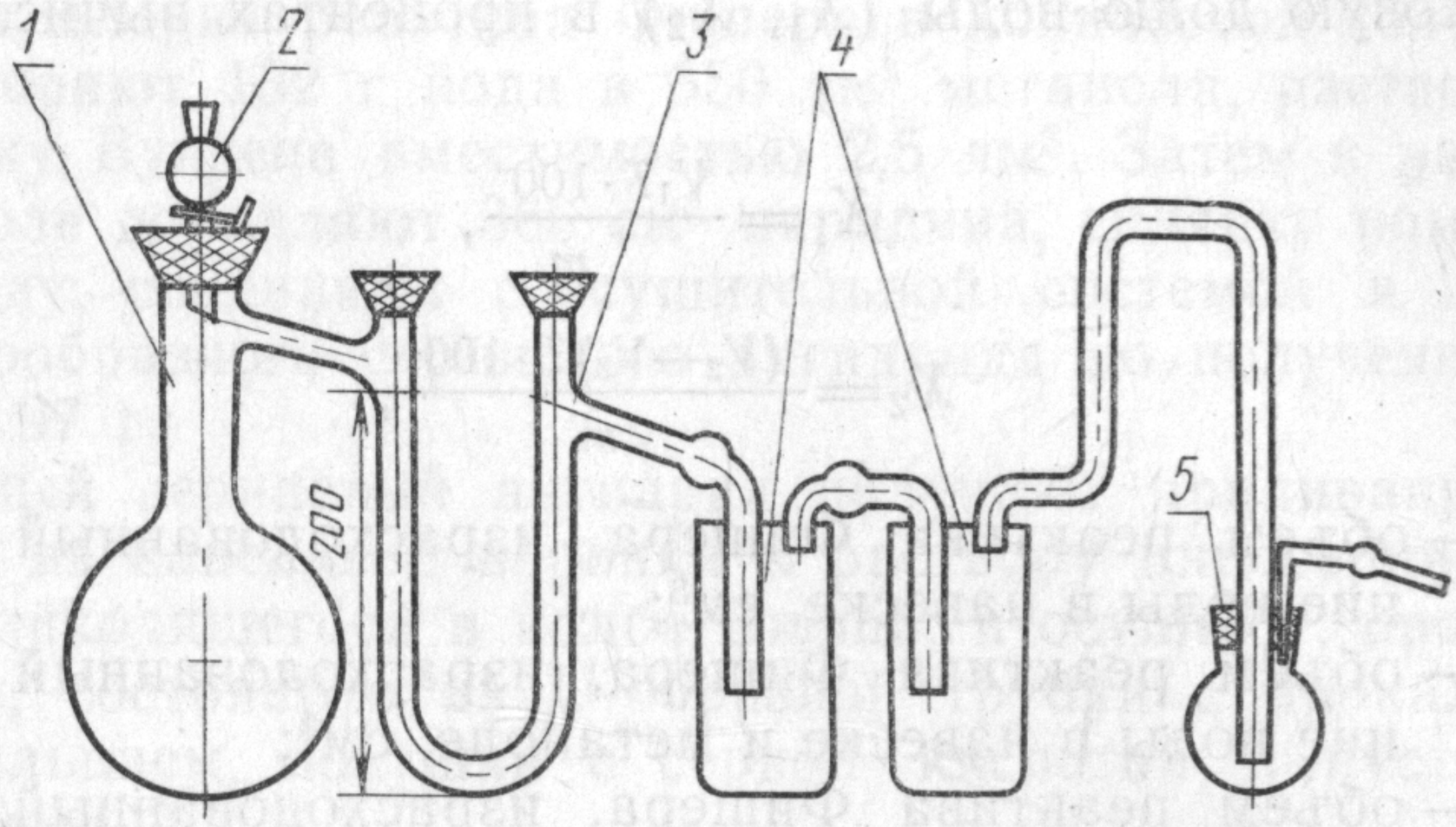
Трубка U-образная.

Ловушки.

Пипетка автоматическая, вместимостью 10 см³.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Натрий йодистый по ГОСТ 8422—76, содержащий воды не более 0,5%.



1 — колба Вюрца; *2* — капельная воронка; *3* — U-образная трубка; *4* — ловушка; *5* — колба с хлоркальциевой трубкой

Черт. 2

Йод по ГОСТ 4159—79.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрий сернистокислый пиро по ГОСТ 10575—76.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

5.2.1. *Приготовление реактива Ван-дер-Мюллена*

Раствор йода в метаноле (I)

63,5 г мелкорастертого йода растворяют в 600 см³ метанола в конической колбе вместимостью 1000 см³. После растворения йода в колбу добавляют 25 г йодистого натрия, а затем 85 г уксуснокислого натрия небольшими порциями до полного растворения.

Раствор сернистого газа в метаноле (II)

Газообразный сернистый ангидрид получают приливанием серной кислоты из капельной воронки к раствору пиросернистокислого натрия, находящегося в колбе Вюрца, и осушают, пропуская через систему, состоящую из U-образной трубки с прокаленным хлористым кальцием, ловушки с серной кислотой и пустой ловушки (см. черт. 2).

В колбу *5* вместимостью 150 см³ наливают 90 см³ метанола, соединяют с осушительной системой и пропускают ток сернистого газа до получения привеса 23,5—25 г.

Раствор сернистого газа в метаноле (II) приливают в раствор йода в метаноле (I) при перемешивании небольшими порциями во избежание перегрева.

Реактив готов к применению через 12 ч.

Установку титра реактива Ван-дер-Мюллена, проведение анализа и обработку результатов проводят по разд. 4.

6. ЭЛЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ ВОДЫ РЕАКТИВОМ ФИШЕРА И ВАН-ДЕР-МЮЛЛЕНА

6.1. Сущность метода

Метод основан на том, что при появлении в растворе избытка свободного йода через раствор начинает проходить ток, и стрелка микроамперметра отклоняется.

6.2. Аппартура и реактивы

Прибор для электрометрического титрования воды, приведенный в ГОСТ 14870—77.

Колба коническая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см³ с пробкой.

Пипетка автоматическая, вместимостью 10—15 см³;

Реактив Фишера или Ван-дер-Мюллена.

6.2.1. *Установка титра реактива*

0,03 — 0,05 г воды взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в предварительно высушенную коническую колбу, содержащую 10 см³ метанола и размешиватель магнитной мешалки. Опускают электроды (электроды должны быть полностью погружены в метанол, размешиватель не должен касаться электродов), включают

мешалку, замыкают электрическую цепь и титруют реактивом до наибольшего постоянного отклонения стрелки микроамперметра прибора электрометрического титрования воды.

Титр реактива (T_1) вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m}{V - V_1},$$

где m — масса навески воды, г;

V — объем реактива, израсходаванный на титрование воды в навеске и метаноле, см^3;

V_1 — объем реактива, израсходованный на титрование воды в метаноле, см^3.

6.3. Проведение анализа

0,05—5,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания воды) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, добавляют 10 см^3 метанола и титруют реактивом до наибольшего постоянного отклонения стрелки микроамперметра.

6.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) T_1 \cdot 100}{m},$$

где V — объем реактива, израсходованный на титрование воды в навеске и метаноле, см^3;

V_1 — объем реактива, израсходованный на титрование воды в метаноле, см^3;

m — масса навески вещества, г.

T_1 — титр раствора.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 3.4.

6.2.1.—6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ГОСТ 14618.7—78*

Методы определения кислот, ангидридов кислот и сложных эфиров

Essential oils, aromatics and their intermediates.
Determination of acids, esters and ester value

Взамен ГОСТ 14618.7—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3172 срок введения установлен

с 01.01.80

Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3768 срок действия продлен до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

кислот и кислотного числа титрованием по индикатору;

кислот потенциометрическим титрованием;

смеси кислот и ангидридов кислот;

сложных эфиров, эфирного числа и числа омыления.

Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 1242—73 и международному стандарту ИСО 709—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

2.1. Сущность метода

Метод основан на нейтрализации свободных кислот раствором щелочи.

Содержание кислот выражается кислотным числом, т. е. количеством миллиграммов гидроокиси калия, необходимого для нейтрализации 1 г анализируемого вещества, или в процентах.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Колба плоскодонная по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидроокись, чистый, 0,5 моль/дм^3 спиртовой раствор или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 моль/дм^3 раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

2.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

2.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

2.3. Проведение анализа

0,5—1,0 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, растворяют в 10—15 см^3 нейтрального этилового спирта, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

2.4. Обработка результатов

Кислотное число (X) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 28}{m}.$$

Массовую долю кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм^3 раствора щелочи, израсходованный на титрование, см^3;

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, г;

28 — количество гидроокиси калия в 1 см^3 0,5 моль/дм^3 раствора, мг.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества более 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества от 10 до 50%.

2.2.—2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ КИСЛОТ

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Колба плоскодонная по ГОСТ 25336—82.

Микробюретка по ГОСТ 20292—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидроокись, чистый 0,1 моль/дм³ спиртовой раствор или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,1 моль/дм³ раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Метиловый красный (индикатор).

Метиловый оранжевый (индикатор), 0,1%-ный раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации— по ГОСТ 25794.1—83.

3.1.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

3.2. Проведение анализа

2—3 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, растворяют в 10—15 см³ нейтрального этилового спирта, добавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Продукт считают нейтральным, если при титровании анализируемого вещества розовая окраски появляется после прибавления одной-двух капель 0,1 моль/дм³ раствора щелочи.

3.3. Обработка результатов

Кислотное число (X_2) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 5{,}61}{m}.$$

Массовую долю кислоты (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot M}{m \cdot 100},$$

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

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, г;

5,61 — количество гидроокиси калия в 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора, мг.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

0,2% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества до 10%;

0,5 мг — для продуктов с кислотным числом до 10 мг KOH.

Примечание. Для определения неорганических кислот в качестве индикатора следует применять метиловый оранжевый, для определения салициловой кислоты — метиловый красный.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

4.1. Сущность метода

Метод основан на потенциометрическом титровании свободных кислот раствором щелочи.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

pH-метр любой марки с набором электродов.

Микробюретка по ГОСТ 20292—74.

Стаканы для титрования по ГОСТ 25336—82 вместимостью 75—100 $см^3$, диаметром 4—5 см.

Мешалка электромагнитная.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, 0,05 моль/$дм^3$ раствор (буферный раствор).

Калия гидроокись, чистый 0,1 моль/$дм^3$ или 0,5 моль/$дм^3$ спиртовые растворы.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

4.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

4.3. Проведение анализа

Настройку и проверку pH-метра производят как описано в инструкции к прибору.

0,5—1,0 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в стаканчик и растворяют в 15 $см^3$ нейтрального этилового спирта. В раствор опускают электроды и титруют раствором щелочи при постоянном перемешивании.

Раствор щелочи прибавляют к титруемому раствору вначале порциями по 1—2 $см^3$, а затем, вблизи точки эквивалентности — порциями по 0,1 $см^3$, после того как будет отмечен скачок потен-

циала, отмечают объем титрованного раствора щелочи, израсходованный на титрование, и делают еще 2—3 измерения тем же способом.

Массовую долю кислоты в процентах вычисляют по формулам, приведенным в пп. 2.4 и 3.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УКСУСНОЙ И ПРОПИОНОВОЙ КИСЛОТ И АНГИДРИДОВ ЭТИХ КИСЛОТ В СМЕСИ

5.1. Сущность метода

Метод основан на определении общего содержания кислот после гидролиза ангидрида и на определении кислот после реакции ангидрида с анилином.

5.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 $см^3$.

Анилин по ГОСТ 5819—78, 10%-ный раствор в толуоле.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 моль/$дм^3$ раствор.

Пиридин чистый по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116° С.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или ГОСТ 9880—76.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

5.2.1 **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Первое титрование*

Около 0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пробкой, добавляют 20 $см^3$ воды, 2 $см^3$ пиридина и 2—3 капли раствора фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и через 5 мин титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3.2. *Второе титрование*

Около 0,5 г анализируемого вещества, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пробкой, прибавляют 15 $см^3$ раство-

ра анилина в толуоле, 10 см³ этилового спирта, 2—3 капли раствора фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Обработка результатов

Общую массовую долю кислот после реакции гидролиза (A) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{V \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты в первом титровании, см³;

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, взятая для первого титрования, г.

Массовую долю кислоты после реакции ангидрида с анилином (B) в процентах вычисляют по формуле

$$B = \frac{V_1 \cdot M}{m_1 \cdot 20},$$

где V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты во втором титровании, см³;

m_1 — масса навески вещества, взятая для второго титрования, г.

Массовую долю кислоты (X_4) в анализируемой смеси в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = A - (A - B)2 = 2B - A.$$

Массовую долю ангидрида (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = (A - B)\frac{M_1}{M},$$

где M — молекулярная масса кислоты;

M_1 — молекулярная масса ангидрида.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

2% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества более 50%;

1,0% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества от 10 до 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ, ЭФИРНОГО ЧИСЛА И ЧИСЛА ОМЫЛЕНИЯ

6.1. Сущность метода

Метод основан на омылении сложных эфиров спиртовым раствором щелочи.

Массовая доля сложных эфиров выражается эфирным числом, т. е. количеством миллиграммов гидроокиси калия, необходимого для омыления 1 г анализируемого вещества, или в процентах.

6.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Баня водяная.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Колба для омыления, вместимостью 100—250 $см^3$ с пришлифованным воздушным холодильником.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидроокись, чистый, 0,5 моль/$дм^3$ спиртовой раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,5 моль/$дм^3$ раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 моль/$дм^3$ раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

6.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

6.3. Проведение анализа

0,5—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от предполагаемого содержания сложного эфира), взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, добавляют 10 $см^3$ нейтрального этилового спирта, 1—2 капли раствора фенолфталеина, перемешивают и титруют 0,1 моль/$дм^3$ раствором щелочи до появления розовой окраски, учитывая кислотность анализируемого сложного эфира. Затем приливают из бюретки 20 $см^3$ 0,5 моль/$дм^3$ спиртового раствора щелочи, соединяют колбу с воздушным холодильником и кипятят на водяной бане в течение 1 ч. Затем колбу охлаждают, прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и титруют

0,5 моль/дм^3 раствором серной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Параллельно проводят контрольный опыт.

6.4. Обработка результатов

Эфирное число (X_6) вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1)28}{m}.$$

Массовую долю сложных эфиров (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(V - V_1)M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм^3 раствора серной кислоты, израсходованный на титрование щелочи в контрольном опыте, см^3;

V_1 — объем 0,5 моль/дм^3 раствора серной кислоты, израсходованный на титрование щелочи в рабочем опыте, см^3;

M — молекулярная масса сложного эфира;

m — масса навески вещества, г;

28 — количество гидроокиси калия в 1 см^3 0,5 моль/дм^3 спиртового раствора щелочи, мг.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в п. 5.4.

6.3, 6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.5. Число омыления показывает, сколько миллиграммов гидроокиси калия расходуется на нейтрализацию свободных и связанных кислот, содержащихся в 1 г испытуемого вещества.

Число омыления (X_8) в мг КОН на 1 г вещества вычисляют по формуле

$$X_8 = X_2 + X_6,$$

где X_2 — кислотное число;

X_6 — эфирное число.

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения спиртов и фенолов

ГОСТ 14618.8—78*

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of alcohols and phenols

Взамен ГОСТ 14618.8—69, кроме разд. 11

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3170 срок введения установлен

с 01.01.80

Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3769 срок действия продлен до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

первичных спиртов и фенолов ацетилированием в присутствии пиридина;

первичных и вторичных спиртов ацетилированием в присутствии пиридина;

первичных и вторичных спиртов ацетилированием в присутствии хлорной кислоты и пиридина;

спиртов ацетилированием в этилацетате в присутствии хлорной кислоты (вторичные, пространственно затрудненные спирты, фенолы и многоатомные спирты);

смежных гидроксильных групп окислением йоднокислым калием в кислой среде (многоатомные спирты);

спиртов дегидратацией с серной кислотой (линалоол, гераниол);

спиртов дегидратацией с *n*-толуолсульфокислотой;

спиртов по эфирному числу после ацетилирования в присутствии уксуснокислого натрия (ментол, гераниол и другие в эфирных маслах);

спиртов формилированием;

этилового спирта в абсолютных маслах;

фенолов по растворимости в щелочах.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

3—1328 65

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 3793—76 в части определения первичных и вторичных спиртов ацетилированием в пиридине, международному стандарту ИСО 3812—76 в части определения спиртов по эфирному числу после горячего формилирования, международному стандарту ИСО 1272—73 в части определения фенолов по растворимости в щелочах, международному стандарту ИСО 1241—80 в части определения спиртов по эфирному числу после ацетилирования.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ СПИРТОВ И ФЕНОЛОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ПИРИДИНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании точным количеством уксусного ангидрида. Пиридин прибавляют в качестве растворителя и катализатора ацетилирования.

Содержание спиртов выражается гидроксильным числом в миллиграммах гидроокиси калия на один грамм продукта или в процентах.

2.2. Аппаратура и реактивы

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³ с пришлифованной пробкой.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Баня водяная.

Пипетка автоматическая, вместимостью 5 и 20 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 и 50 см³.

Фильтр стеклянный по ГОСТ 9775—69.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138° С.

Пиридин чистый по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116° С.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

2.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации по ГОСТ 25794.1—83.

2.2.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.2.2. *Приготовление ацетилирующей смеси*

Смешивают 1 часть уксусного ангидрида и 3 части пиридина и оставляют на 15—20 мин.

При длительном хранении смесь окрашивается в желтый цвет и в таком виде непригодна для применения.

2.3. Проведение анализа

0,3—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта или фенола) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см³ ацетилирующей смеси и оставляют на 1—2 ч, в зависимости от строения анализируемого спирта. По истечении этого времени приливают цилиндром 20 см³ горячей воды (50—60° С), перемешивают, приливают автоматической пипеткой 20 см³ 0,5 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия и титруют 0,5 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. В случае кислой реакции анализируемого продукта в отдельной навеске следует определить количество щелочи, необходимое для нейтрализации взятой навески по ГОСТ 14618.7—78.

Параллельно проводят контрольный опыт.

2.2, 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта или фенола (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1)M}{m \cdot 20}.$$

Гидроксильное число (X_1) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 28}{m}.$$

Массовую долю спирта (X_2) в процентах (в продукте, содержащем кислоту) вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{[V - (V_1 - V_2)]M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в рабочем опыте, см³;

V_2 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты, содержащейся в данной навеске, см³;

M — молекулярная масса спирта;
m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать:

1,5% — для продуктов с массовой долей спирта более 50%;
1,0% — для продуктов с массовой долей спирта от 10 до 50%;
0,5% — для продуктов с массовой долей спирта менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ И ВТОРИЧНЫХ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ПИРИДИНА

3.1. Аппаратура и реактивы по п. 2.2.

3.2. Проведение анализа

0,3—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см³ ацетилирующей смеси, присоединяют обратный холодильник и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 или 2 ч в зависимости от строения спирта.

Дальнейшее определение и обработку результатов проводят по пп. 2.3 и 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ И ВТОРИЧНЫХ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ И ПИРИДИНА

4.1. Аппаратура и реактивы

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³ с пришлифованной пробкой.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Пипетка автоматическая, вместимосттью 5 и 20 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 и 50 см³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 моль/дм³ раствор.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138° С.

Пиридин чистый по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116°С.

Кислота хлорная, х. ч. или ч. д. а., 57%-ная.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.1.1. *Приготовление ацетилирующей смеси*

К 80 мл пиридина добавляют 0,12 см³ 57%-ной хлорной кислоты, приливают 25 см³ уксусного ангидрида и перемешивают 5 мин. Ацетилирующая смесь через сутки приобретает красную окраску, поэтому ее необходимо готовить непосредственно перед проведением анализа.

Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа и обработку результатов проводят по пп. 2.3 и 2.4. Время реакции от 10 до 60 мин в зависимости от строения спирта.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ЭТИЛАЦЕТАТЕ В ПРИСУТСТВИИ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ

(вторичные, пространственно затрудненные спирты, фенолы, многоатомные спирты)

5.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании спиртов растворов уксусного ангидрида в этилацетате в присутствии хлорной кислоты.

5.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³ с пришлифованной пробкой.

Пипетка автоматическая, вместимостью 5 см³.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 см³.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Этилацетат по ГОСТ 8981—78.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138° С.

Пиридин чистый по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116° С.

Кислота хлорная, х. ч. или ч. д. а., 57%-ная.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 моль/дм³ раствор (водный или спиртовой).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Ангидрид фосфорный, ч. д. а.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

5.2.1. *Приготовление ацетилирующей смеси*

К 60 см³ этилацетата (свежеперегнанного над фосфорным ангидридом) приливают при перемешивании 0,15 см³ 57%-ной хлорной кислоты и 10 см³ уксусного ангидрида. Смесь перемешива-

ют в течение 5 мин. Ацетилирующая смесь устойчива в течение недели.

Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

5.3. Проведение анализа

0,1—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см³ ацетилирующей смеси и перемешивают до полного растворения. Если анализируемый спирт плохо растворим в ацетилирующей смеси, реакционную массу нагревают на водяной бане 1—2 мин, а затем оставляют на 15 мин при 18—20° С.

По истечении этого времени прибавляют 5 см³ воды и 5 см³ смеси пиридин-вода 3 : 1 (по объему), перемешивают и оставляют реакционную смесь на 5 мин. Затем прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Параллельно проводят контрольный опыт.

5.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1)M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в рабочем опыте, см³;

m — масса навески вещества, г;

M — молекулярная масса спирта.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

5.2.—5.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СМЕЖНЫХ ГИДРОКСИЛЬНЫХ ГРУПП ОКИСЛЕНИЕМ ЙОДНОКИСЛЫМ КАЛИЕМ В КИСЛОЙ СРЕДЕ

(многоатомные спирты)

6.1. Сущность метода

Метод основан на окислении многоатомных спиртов, имеющих смежные гидроксильные группы (гликоли, глицерин, эритрит, маннит), йоднокислым калием в кислой среде.

Избыток йоднокислого калия восстанавливают йодистым калием в кислой среде и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия.

6.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные аналитические.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Пипетка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 10 см³.

Колба по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74, вместимостью 250 см³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 4%-ный и 2 моль/дм³ растворы.

Калий йоднокислый (7,6 г йоднокислого калия растворяют в 2 моль/дм³ растворе серной кислоты и разбавляют до 1 дм³ дистиллированной водой).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 10%-ный раствор.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 моль/дм³ раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный раствор.

6.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации по ГОСТ 25794.3—83.

6.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

6.3. Проведение анализа

0,2—0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 10 см³ этого раствора пипеткой переносят в колбу с пробкой, приливают из бюретки или пипеткой 20 см³ раствора йоднокислого калия и 2 см³ 4%-ной серной кислоты.

Реакционную массу оставляют на 1,5—2 ч. Затем добавляют 10 см³ раствора йодистого калия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия. В качестве индикатора применяют раствор крахмала.

Параллельно проводят контрольный опыт.

6.4. Обработка результатов

Массовую долю многоатомного спирта (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) M \cdot 25}{(n-1) m \cdot 200},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса спирта;

n — число смежных гидроксильных групп;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

6.3, 6.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ДЕГИДРАТАЦИЕЙ С СЕРНОЙ КИСЛОТОЙ (Линалоол, гераниол)

7.1. Сущность метода

Метод основан на количественном отщеплении молекулы воды от молекулы спирта при нагревании с серной кислотой. Спирт определяют по количеству выделившейся воды.

7.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Аппарат для количественного определения воды по ГОСТ 1594—69.

Весы лабораторные технические типа ВЛТ-200.

Баня песчаная.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Фарфор неглазурованный, пемза прокаленная, кусочки.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или ГОСТ 9880—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,83—1,84 г/см³.

7.3. Проведение анализа

10—50 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 50—75 см³ толуола и содержимое колбы тщательно перемешивают, добавляют кусочки неглазурованного фарфора или прокаленной пемзы. Колбу соединяют с приемником-ловушкой. Открытый конец приемника-ловушки соединяют с холодильником. Колбу нагревают на закрытой электроплитке или песчаной бане до кипения. Кипячение ведут так, чтобы конденсирующийся растворитель не скапливался в холодильнике, а стекал в ловушку со скоростью 2—4 капли/с. При этом в приемнике вместе с растворителем собираются мелкие капли воды, которые оседают на дно приемника, а растворитель, дойдя до уровня отводной трубки, стекает обратно в колбу.

Смесь кипятят не более 2 ч до прекращения выделения воды. После охлаждения прибора до 20° С измеряют объем воды, собравшейся в приемнике. Затем в колбу прибавляют концентрированную серную кислоту в количестве 1% от массы навески ана-

лизируемого спирта и смесь кипятят в условиях, описанных выше. Реакцию дегидратации ведут в течение 3 или 5 ч в зависимости от навески, после чего холодильник смывают 20—30 см³ толуола.

Прибору дают остыть до 20°С и производят отсчет воды, собравшейся в приемнике.

7.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V - V_1) M \cdot 100}{m \cdot 18},$$

где V — общий объем воды, собранный в приемнике, см³;

V_1 — объем воды, собранный в приемнике до проведения реакции дегидратации, см³;

M — молекулярная масса спирта;

m — масса навески вещества, г;

18 — молекулярная масса воды.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

7.3—7.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ДЕГИДРАТАЦИЕЙ с *n*-ТОЛУОЛСУЛЬФОКИСЛОТОЙ

8.1. Сущность метода

Метод основан на количественном отщеплении молекулы воды при нагревании спирта с *n*-толуолсульфокислотой. Выделяющаяся вода титруется реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена электрометрически или визуально.

8.2. Аппаратура и реактивы

Колба круглая плоскодонная по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³, хорошо пришлифованная к холодильнику Либиха.

Аппарат для количественного определения воды по ГОСТ 1594—69.

Прибор для электрометрического титрования воды, приведенный в ГОСТ 14870—77.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Аллонж.

Пипетки автоматические, вместимостью 10 или 15 см³.

Баня песчаная со сплавом Вуда, глицериновая или масляная.

Трубка соединительная.

Калия гидроокись, ч. 0,2 моль/дм³ спиртовой раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 9880—76 или ГОСТ 5789—78.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

n-Толуолсульфокислота, ч.

Реактив Фишера или Ван-дер-Мюллена (приготовление по ГОСТ 14618.6—78).

Пиридин ч. по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116°С.

8.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

8.3. Подготовка к анализу

8.3.1. *Приготовление суспензии n-толуолсульфокислоты в толуоле*

К 100 см³ толуола, помещенного в круглодонную колбу, прибавляют 0,5 г *n*-толуолсульфокислоты, взвешенной с погрешностью не более 0,002 г. Колбу соединяют с холодильником через приемник-ловушку и кипятят смесь до прекращения выделения воды не более 1,5 ч. Затем смесь охлаждают, колбу отсоединяют и закрывают пробкой. Смесь может храниться в течение 2 недель.

8.3.2. *Определение n-толуолсульфокислоты в толуольной суспензии*

Суспензию тщательно перемешивают и отбирают 10 см³ пипеткой, добавляют 5 см³ этилового спирта и титруют 0,2 моль/дм³ спиртовым раствором гидроокиси калия по фенолфталеину.

Массовую долю кислоты (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V \cdot 172}{10 \cdot 50},$$

где V — объем точно 0,2 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты, см³;

10 — объем раствора *n*-толуолсульфокислоты, взятый для анализа, см³;

172 — молекулярная масса *n*-толуолсульфокислоты.

Массовая доля *n*-толуолсульфокислоты в суспензии должна быть 0,4—0,5%.

8.4. Проведение анализа

8.4.1. 0,3—0,5 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100 см³, туда же пипеткой добавляют 10 см³

суспензии *n*-толуолсульфокислоты в толуоле (суспензию предварительно перемешивают). Реакционную массу нагревают с обратным холодильником на песчаной бане до кипения и кипятят 5 мин. После охлаждения колбы промывают холодильник из автоматической пипетки метанолом или пиридином (в случае анализа спиртов в эфирных маслах и смесях, содержащих ацетаты дегидратирующихся спиртов, холодильник необходимо промывать только пиридином). Дают хорошо стечь растворителю, после чего титруют реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена как описано в ГОСТ 14618.6—78.

Параллельно проводят контрольный опыт.

В отдельной навеске определяют воду в анализируемом веществе по ГОСТ 14618.6—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.4.2. Если при проведении реакции дегидратации образуется темная реакционная смесь, то анализ проводят по методике, указанной ниже.

8.4.3. 0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в грушевидную колбу, добавляют пипеткой 10 см^3 суспензии *n*-толуолсульфокислоты в толуоле, предварительно хорошо перемешанной, соединяют с приемником через холодильник Либиха и отгоняют смесь воды с толуолом в течение 5 мин, применяя для обогрева баню со сплавом Вуда, глицериновую или масляную баню, нагретую до 130° С. Температура бани во время отгона не должна быть выше 155° С. При достижении температуры бани 150° С выключают обогрев. После охлаждения колбу отсоединяют и через перевернутую соединительную трубку промывают холодильник из автоматической пипетки 10 см^3 пиридина, собирая его в приемник. Отогнанную воду титруют реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена. Воду в анализируемом веществе и контрольном опыте определяют непосредственно титрованием реактивом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

8.5. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \left[\frac{(V-V_1)T\cdot 100}{m} - W\right]\frac{M}{18},$$

где V — объем реактива, израсходованный на титрование воды в рабочем опыте, см^3;

V_1 — объем реактива, израсходованный на титрование воды в контрольном опыте, см^3;

W — массовая доля воды в продукте, %;

m — масса навески вещества, г;

T — титр реактива;
M — молекулярная масса спирта;
18 — молекулярная масса воды.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ПО ЭФИРНОМУ ЧИСЛУ ПОСЛЕ АЦЕТИЛИРОВАНИЯ В ПРИСУТСТВИИ УКСУСНОКИСЛОГО НАТРИЯ

(ментол, гераниол и другие в эфирных маслах)

9.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании спирта при нагревании уксусным ангидридом в присутствии уксуснокислого натрия, выделении и омылении полученного ацетата. Спирт определяют по количеству щелочи, израсходованной на омыление ацетата.

9.2. Аппаратура и реактивы

Колбы по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³ с пришлифованным воздушным холодильником длиной 100—110 см.

Бани песчаная и водяная.

Весы аналитические технические ВЛТ-200, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Бюретка по ГОСТ 20292—74.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Воронка делительная по ГОСТ 25336—82. вместимостью 100—250 см³.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138° С.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, плавленный.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76, 1—2%-ный раствор насыщенный хлористым натрием (содово-солевой раствор).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Калия гидроокись чистый 0,5 моль/дм³ спиртовой раствор или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,5 моль/дм³ спиртовой раствор.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,5 моль/дм³ раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации по ГОСТ 25794.1—83.

9.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

9.3. Проведение анализа

10 см³ анализируемого вещества помещают в колбу, прибавляют 15 см³ уксусного ангидрида, 2 г плавленного уксуснокислого натрия и кипятят с обратным холодильником в течение 1,5 ч на песчаной бане или электрической плитке. После охлаждения в колбу приливают 30 см³ дистиллированной воды для разложения избытка уксусного ангидрида и снова нагревают в течение 15 мин на водяной бане при частом перемешивании.

Содержимое колбы переносят в делительную воронку, сливают водно-кислый слой и промывают эфирный слой содово-солевым раствором. В случае образования эмульсии промывку осуществляют горячим содово-солевым раствором в присутствии фенолфталеина до розовой окраски промывных вод.

Промытый ацетат высушивают прокаленным сульфатом натрия и фильтруют, 1,0 г отфильтрованного ацетата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, омыляют как указано в ГОСТ 14618.7—78.

Параллельно проводят омыление исходного продукта в тех же условиях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.4. Обработка результатов

Массовую долю свободных спиртов (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(Э_{ч2} - Э_{ч1}) M \cdot 100}{56100 - 42(Э_{ч2} - Э_{ч1})} = \frac{(Э_{ч2} - Э_{ч1}) M}{561 - 0{,}42(Э_{ч2} - Э_{ч1})},$$

где $Э_{ч1}$ — эфирное число до ацетилирования;

$Э_{ч2}$ — эфирное число после ацетилирования;

M — молекулярная масса спирта;

56100 — молекулярная масса гидроокиси калия, мг;

42 — увеличение молекулярной массы спирта вследствие его перехода в ацетат.

При отсутствии в анализируемом спирте примеси сложных эфиров массовую долю свободных спиртов (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{VM}{20(m - V \cdot 0{,}021)},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на омыление, см³;

M — молекулярная масса спирта;

m — масса навески вещества, г;

0,021 — поправочный коэффициент на увеличение массы спирта после ацетилирования, соответствующий 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствора гидроокиси калия.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

2% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества более 50%;

1% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества от 10 до 50%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ФОРМИЛИРОВАНИЕМ

(линалоол, родинол)

10.1. Сущность метода

Метод основан на реакции спирта с концентрированной муравьиной кислотой при нагревании, выделении и омылении полученного формиата.

10.2. Аппаратура и реактивы

Колба круглодонная по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100—250 см³.

Баня водяная.

Холодильник по ГОСТ 25336—82, обратный.

Воронка делительная по ГОСТ 25336—82.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73, плотностью 1,22 г/см³.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Калия гидроокись, чистый, 0,5 моль/дм³ раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

10.2.1 Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

10.2.1. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

10.3. Проведение анализа

10 см³ анализируемого вещества помещают в колбу, смешивают с 20 см³ концентрированной муравьиной кислоты и нагревают с обратным холодильником в течение 1 ч на водяной бане при частом перемешивании.

По окончании нагревания содержимое колбы охлаждают, добавляют 100 см³ воды, тщательно перемешивают и переносят в делительную воронку для отделения водного слоя. Масляный слой промывают до нейтральной реакции водой.

Промытый продукт высушивают прокаленным сернокислым натрием, отфильтровывают около 0,5 г полученного сложного

эфира, взвешивают в колбе для омыления, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака и проводят омыление так же, как при определении эфирного числа по ГОСТ 14618.7—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

10.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10}=\frac{VM}{20(m-V\cdot 0{,}014)},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на омыление, см^3;

M — молекулярная масса спирта;

m — масса навески вещества, г;

0,014 — поправочный коэффициент на увеличение массы формилированного спирта (соответствует 1 см^3 0,5 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия, г).

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности P=0,95 не должны превышать значений, указанных в п. 9.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В АБСОЛЮТНЫХ МАСЛАХ

11.1. Сущность метода

Метод основан на испарении этилового спирта с поверхности при 20° С.

11.2. Аппаратура

Баня воздушная или термостат.

Весы лабораторные аналитические.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) диаметром 3—4 см, высотой 3—4 см с крышкой по ГОСТ 25336—82.

11.3. Проведение анализа

1,0 г анализируемого масла взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в бюксу. Бюксу с навеской помещают в термостат с температурой 20°С. После часовой выдержки бюксу взвешивают, затем ставят опять в термостат на 1 ч и снова взвешивают. Если уменьшение массы превышает 0,01 г, бюксу оставляют в тех же условиях еще на 1 ч. Если уменьшение массы бюксы менее 0,01 г, то считают спирт удаленным и уменьшение массы суммируют. При взвешивании бюкса должна быть закрыта крышкой.

11.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{(m_1 - m_2)\,100}{m},$$

где m_1 — масса бюксы с анализируемым маслом до испарения, г;

m_2 — масса бюксы с анализируемым маслом после испарения, г;

m — масса навески масла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать 0,5% — для продуктов с массовой долей этилового спирта не более 10%.

11.3, 11.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ ПО РАСТВОРИМОСТИ В ЩЕЛОЧАХ

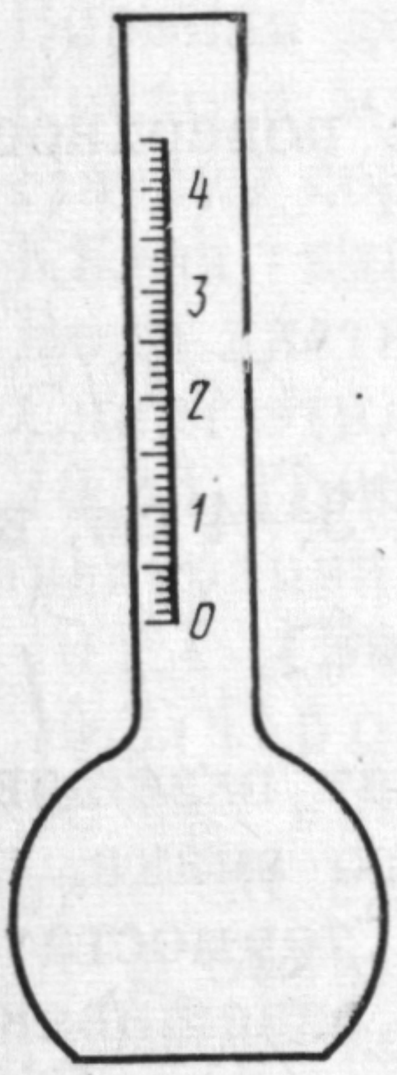
(фенолы в эфирных маслах)

12.1. Сущность метода

Определение основано на образовании растворимых в воде фенолятов при взаимодействии фенола с раствором щелочи.

12.2. Аппартура и реактивы

Колба Кассиа, вместимостью 100 см³ (см. чертеж) с ценой деления не более 0,1 мм.



Пипетка по ГОСТ 1770—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4233—77, 3%-ный раствор.

12.3. Проведение анализа

В колбу Кассиа пипеткой вносят 10 см³ анализируемого вещества и приливают 50—60 см³ 3%-ного раствора гидроокиси натрия. Смесь тщательно перемешивают в течение получаса, а затем, добавляя раствор щелочи, переводят непрореагировавшую часть вещества в горлышко колбы. После отстаивания отсчитывают объем вещества, не вступившего в реакцию со щелочью, в градуированной части колбы при 20° С.

12.4. Обработка результатов

Объемную долю фенола (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = (10 - V)\,10,$$

где V — объем нерастворившегося вещества, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать: 1% — для продуктов с объемной долей фенола от 50 до 90%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ГОСТ 14618.9—78*

Метод определения угла вращения и величины удельного вращения плоскости поляризации

Essential oils, aromatics and their intermediates. Method for determination of angle of optical rotation and specific rotation value of polarization flat

Взамен ГОСТ 14618.9—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 ноября 1978 г. № 3170 срок введения установлен

с 01.01.80

Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3770 срок действия продлен до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает метод определения угла вращения плоскости поляризации.

Стандарт полностью соответствует рекомендации ИСО Р 592—67.

Понятие угла вращения и удельного вращения приведены в справочном приложении.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78

2. АППАРАТУРА

Поляриметр.
Термостат (баня с температурой воды 20° С).
Термометр по ГОСТ 215—73.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Через кожух поляризационной трубки пропускают из термостата в течение 10 мин воду, имеющую температуру 20° С. Затем определяют нулевую точку. Для этого вращением маховика необходимо совместить нуль шкалы с нулем нониуса, добиваясь равномерного освещения поля зрения. Если нулевое деление

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).

нониуса не совпадает с нулевым делением круговой шкалы, то при вычислении удельного вращения на эту величину вводят поправку.

Поправке дают знак плюс, если нулевое деление нониуса переместилось по направлению часовой стрелки от нуля шкалы, и минус, если оно переместилось в направлении против часовой стрелки.

Нулевую точку определяют несколько раз.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Анализируемую жидкость помещают в поляризационную трубку, так, чтобы на верхнем конце трубки образовался выпуклый мениск. На конец трубки надевают скользящим движением покровное стекло, срезая при этом мениск. На стекло помещают прокладку и не слишком туго при помощи винта прижимают верхнюю крышку так, чтобы в трубке не оставалось пузырьков воздуха.

Трубку с анализируемой жидкостью помещают в желоб прибора, закрывают сверху крышкой и наблюдают через окуляр освещенность поля при $20 \pm 0{,}1^\circ$ С. Вращением маховика и микрометрического винта добиваются равномерной освещенности поля и четкого изображения линии раздела света и тени.

Отсчет производят по шкале следующим образом: отсчитывают число целых градусов от нуля круговой шкалы диска до нулевой черты нониуса, затем отмечают, какое деление нониуса совпадает с делением круговой шкалы, и тем самым находят число десятых и сотых долей градуса. Таким образом получают угол вращения α' в градусах. Измерение повторяют три раза.

Из трех повторных измерений вычисляют среднее арифметическое, и при необходимости, вводят поправку, полученную при определении нулевой точки.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Угол вращения (α) вычисляют по формуле

$$\alpha = \frac{\alpha'}{l}.$$

Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ вычисляют по одной из формул, указанных ниже:

для индивидуальных жидкостей

$$[\alpha]^{20}_D = \frac{\alpha}{l \cdot \rho},$$

для растворов

$$[\alpha]^{20}_D = \frac{100 \cdot \alpha'}{l \cdot C},$$

где α' — наблюдаемый угол вращения, град;

l — длина трубки, см;

ρ — плотность определяемой жидкости при 20° С, г/см^3;

C — концентрация определяемого вещества в 100 см^3 раствора, г.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Оптическое вращение — это способность вещества отклонять плоскость поляризации при прохождении через него прямолинейного поляризованного света.

Углом вращения (α) называют величину отклонения плоскости поляризации от начального положения, вызванную слоем вещества толщиной 10 см при 20°С, выраженную в градусах.

Величина угла вращения зависит от природы оптически активного вещества, толщины слоя вещества, температуры и длины волны света.

Удельным вращением $[\alpha]_D^{20}$ называют величину вращения плоскости поляризации, вызванную слоем вещества или раствора толщиной 10 см, отнесенную к массе вещества в см^3.

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ГОСТ 14618.10—78*

Методы определения плотности и показателя преломления

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of density and refractive index

Взамен ГОСТ 14618.10—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3172 срок введения установлен

с 01.01.80

Постановлением Госстандарта от 30.10.84, № 3771 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

плотности жидкостей ареометром;

плотности жидкостей пикнометром;

показателя преломления жидкостей.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 280—76 в части определения показателя преломления, международному стандарту ИСО 279—81 в части определения плотности жидкостей пикнометром.

Понятия плотности жидкости и относительной плотности приведены в справочном приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТЕЙ АРЕОМЕТРОМ

2.1. Аппаратура

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481—81, с ценой наименьшего деления 0,001 г/см^3.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

Термометр по ГОСТ 215—73, с ценой деления 0,5—1° С и пределом измерения не более чем 0—250° С.

Термостат или водяная баня.

Цилиндр стеклянный для ареометров по ГОСТ 18481—81.

2.2. Проведение анализа

Анализируемую жидкость помещают в чистый сухой цилиндр так, чтобы уровень жидкости не доходил до верхнего его края на 3—4 см и выдерживают 20 мин в термостате или водяной бане при 20±1° С. Затем измеряют температуру анализируемой жидкости, осторожно перемешивая ее термометром. Когда температура жидкости установится 20±1° С, в цилиндр осторожно опускают чистый сухой ареометр, на шкале которого предусмотрена ожидаемая величина плотности. Ареометр должен плавать, не касаясь стенок и дна цилиндра.

Отсчет по делению на шкале ареометра, соответствующему нижней линии мениска жидкости, ведут через 3—4 мин после погружения. При отсчете глаз должен быть на уровне нижней линии мениска.

После определения снова измеряют температуру анализируемой жидкости, которая должна быть 20±1° С.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001 г/см^3.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Не допускается ареометром определять плотности легколетучих жидкостей.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТЕЙ ПИКНОМЕТРОМ

3.1. Аппаратура и реактивы

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336—82, с оттянутым концом.

Пикнометр стеклянный по ГОСТ 22524—77.

Термометр по ГОСТ 215—73, с ценой деления 0,5—1° С и пределом измерения не более чем 0—250° С.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Весы лабораторные аналитические, I, II класс, предел взвешивания не более 200 г.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

Эфир этиловый.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Подготовка к анализу

Перед анализом пикнометр следует промыть последовательно подходящим растворителем для удаления следов вещества, затем

хромовой смесью, водой, спиртом, эфиром и высушить струей воздуха.

3.3. Проведение анализа

Пикнометр, высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака) заполняют с помощью воронки или пипетки дистиллированной водой немного выше метки, закрывают пробкой и выдерживают в термостате в течение 20 мин с температурой воды 20±0,1° С. При этой температуре уровень воды в пикнометре доводят до метки, быстро отбирая излишек воды при помощи пипетки или свернутой в трубку полоски фильтровальной бумаги. Пикнометр снова закрывают пробкой и выдерживают в термостате еще 10 мин, проверяя положение мениска по отношению к метке. Затем пикнометр вынимают из термостата, вытирают снаружи мягкой тканью досуха, оставляют под стеклом аналитических весов в течение 20 мин и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака).

Пикнометр освобождают от воды, высушивают, ополаскивая последовательно спиртом и эфиром, удаляют остатки эфира продуванием воздуха с помощью резиновой груши, заполняют анализируемой жидкостью и затем проводят те же операции, что и с дистиллированной водой.

Для прозрачных и светло-окрашенных жидкостей уровень устанавливают по нижней линии мениска; для мутных и темноокрашенных — по верхней линии мениска. В последнем случае уровень воды в пикнометре также устанавливают по верхней линии мениска.

Если плотность анализируемого вещества не может быть определена при 20° С, то анализ следует проводить при температуре, указанной в стандарте на данную продукцию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

Относительную плотность (ρ) вычисляют по формуле

$$\rho^{20}_{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m},$$

$$\rho^{20}_{4} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} 0{,}9982,$$

где m — масса пустого пикнометра, г;

m_1 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г;

m_2 — масса пикнометра с анализируемой жидкостью, г;

0,9982 — величина плотности воды при 20° С, г/см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ

Показатель преломления определяют для натриевой линии спектра при 20° С рефрактометром.

4.1. Аппаратура и реактивы

Рефрактометры типа Аббе (ИРФ-22), (ИРФ-23) или другого типа.

Термостат или водяная баня.

Термометр по ГОСТ 215—73, с ценой деления 0,5—1° С и пределом измерения не более чем 0—250° С.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Подготовка к анализу

Перед определением показателя преломления поверхности призм рефрактометра промывают спиртом и вытирают, осторожно прикладывая фильтровальную бумагу или легкий неворсистый материал.

Через кожух призм рефрактометра пропускают воду, имеющую температуру 20±0,1° С в течение 10—15 мин.

Перед началом работы проверяют точность прибора по дистиллированной воде, показатель преломления которой при 20° С равен 1,3330, или по образцам, приложенным к рефрактометру. Проверку прибора и корректировку нуля проводят по инструкции, приложенной к прибору.

4.3. Проведение анализа

На чистую поверхность нижней призмы при помощи пипетки или стеклянной палочки, не касаясь ею призмы, наносят одну-две капли анализируемой жидкости, быстро соединяют обе призмы и прижимают их зажимом.

Окуляр устанавливают в слегка наклонном положении. Зеркало устанавливают по отношению к источнику света (естественному или искусственному) так, чтобы получить максимальную освещенность поля зрения и появления черно-белой границы светотени.

Если после фокусировки окуляра граница светотени будет иметь некоторую окраску, то ее снимают при помощи вращения винта компенсатора. Затем медленно вращают поворотный винт, связанный с дуговой шкалой, до тех пор, пока четкая граница светотени точно и симметрично пересечет центр скрещенных визирных линий. Показатель преломления отсчитывают при помощи лупы дуговой шкалы по делению, соответствующему визирной линии шкалы. Наводку границы светотени и отсчет проводят четыре раза (по два раза сверху и снизу) и за результат измерения принимают среднее арифметическое.

После окончания измерения поверхности призм промывают спиртом или другим растворителем (в зависимости от растворимости анализируемого вещества) и высушивают так же, как перед началом определения.

При определении показателя преломления при более высокой температуре (25—30° С) следует через кожух призм рефрактометра пропускать воду, имеющую заданную температуру, до достижения соответствующего показания на термометре рефрактометра.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0002.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

Плотность жидкости — величина отношения массы данной жидкости к ее объему.

Относительная плотность — величина отношения плотности анализируемой жидкости к плотности воды.

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ГОСТ 14618.11—78*

Методы определения растворимости, летучих веществ и примесей

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of solubility and content of volatile matters and impurities

Взамен ГОСТ 14618.11—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3172 срок введения установлен

с 01.01.80

Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3772 срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

растворимости жидких веществ в водно-спиртовых смесях;

остатка после выпаривания;

веществ, перегоняющихся с насыщенным паром (летучих) в экстрактовых маслах;

нерастворимого в спирте остатка в резиноидах.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 875—77 в части определения растворимости в спирте, международному стандарту ИСО 4715—77 в части определения остатка после выпаривания.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ЖИДКИХ ВЕЩЕСТВ В ВОДНО-СПИРТОВЫХ СМЕСЯХ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении эфирного масла в водно-спиртовом растворе.

2.2. Аппаратура и реактивы

Цилиндр с притертой пробкой по ГОСТ 1770—74.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

Бюретка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 см³.
Пипетка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 см³.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
Термостат или водяная баня.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. *Проведение анализа*

В цилиндр с притертой пробкой вместимостью 10 см³ наливают пипеткой 1 см³ анализируемого вещества, имеющего температуру 20° С. Затем постепенно прибавляют из пипетки или бюретки водно-спиртовой раствор нужной концентрации и тщательно встряхивают цилиндр после каждого прибавления. Отмечают минимальное количество целых кубических сантиметров водно-спиртового раствора, необходимого для полного растворения 1 см³ анализируемого вещества.

Водно-спиртовые растворы готовят при 20° С смешением 96%-ного этилового спирта и воды в объемных и весовых соотношениях, указанных в табл. 1, или спирта другой концентрации по табл. 2.

Таблица 1

Концентрация в мл этилового спирта в 100 см³ смеси (по объему)	Объем дистиллированной воды при 20°С, который добавляют к 100 см³ 96%-ного этилового спирта	Масса 96%-ного этилового спирта	Масса воды, г
96	0	100,0	0
95	1,1	95,6	4,4
90	6,5	91,3	8,7
85	13,5	84,8	15,2
80	21,2	78,3	21,7
75	29,9	72,4	27,6
70	39,6	66,5	33,5
65	50,9	61,0	39,0
60	63,8	55,5	44,5

Таблица 2

Крепость исходного этилового спирта, %	Крепость требуемого этилового спирта, %						
	90	85	80	75	70	65	60
95	64	133	209	295	391	501	629
90	—	65	138	218	310	414	535
85	—	—	68	144	231	329	443
80	—	—	—	72	153	246	353
75	—	—	—	—	76	163	264

Примечание. Цифра в месте пересечения горизонтальной и вертикальной строк указывает количество миллилитров воды при 20°С, которое следует добавить к 1000 см³ исходного этилового спирта при 20°С для получения спирта требуемой крепости.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТКА ПОСЛЕ ВЫПАРИВАНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на выпаривании летучей части эфирного масла на кипящей водяной бане и взвешивании остатка.

3.2. Аппаратура

Баня водяная.

Чашка стеклянная круглодонная по ГОСТ 25336—82 или фарфоровая.

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

3.3. Проведение анализа

В круглодонной чашке взвешивают от 3 до 5 г анализируемого вещества, результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака, ставят на 1 ч на кипящую водяную баню так, чтобы вода не касалась чашки, и выпаривают. Чашку охлаждают в эксикаторе и взвешивают с той же погрешностью. Выпаривание проводят повторно до тех пор, пока масса чашки с веществом после нагревания будет отличаться от массы чашки предыдущего взвешивания не более чем на 0,001 г.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю остатка после выпаривания (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m)\,100}{m_1 - m},$$

где m — масса чашки, г;

m_1 — масса чашки с эфирным маслом, г;

m_2 — масса чашки с остатком после выпаривания, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 0,4%.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЩЕСТВ, ПЕРЕГОНЯЮЩИХСЯ С НАСЫЩЕННЫМ ПАРОМ (ЛЕТУЧИХ), В ЭКСТРАКТОВЫХ МАСЛАХ

4.1. Сущность метода

Метод основан на отгонке с водяным паром летучих веществ в градуированный приемник.

4.2. Аппаратура

Баня песчаная.

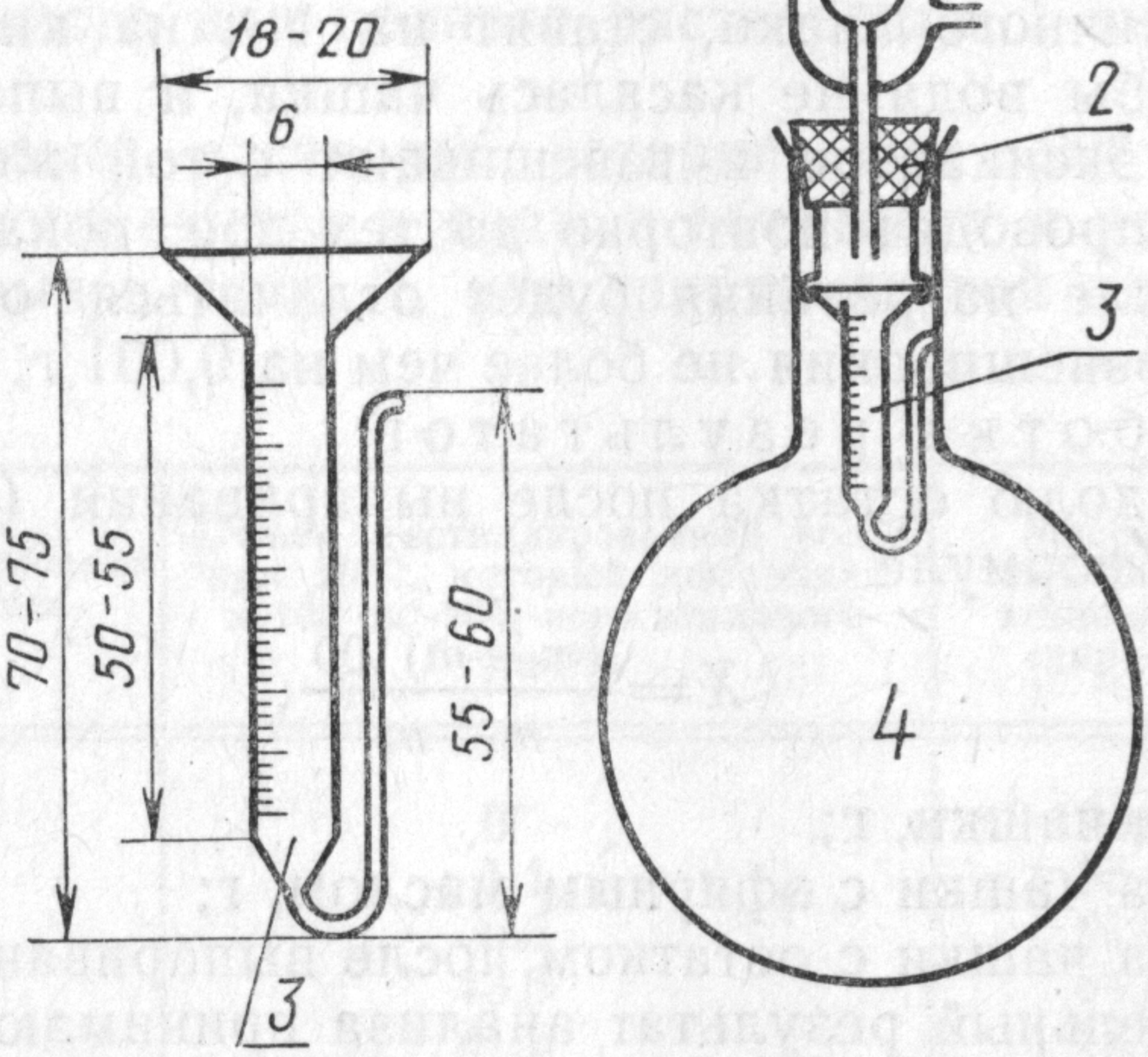
Колба круглодонная по ГОСТ 25336—82, вместимостью не менее 700 $см^3$.

Холодильник по ГОСТ 25336—82, обратный.

Приемник градуированный (Гинзберга) (см. чертеж).

4.3. Проведение анализа

В круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником и градуированным приемником, помещают 5 г анализируемого экстракта, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака, и приливают пятикратное количество воды. Колбу нагревают на песчаной бане в течение нескольких



1 — обратный шариковый холодильник; *2* — резиновая пробка; *3* — градуированный приемник с ценой деления 0,025 см³; *4* — колба вместимостью 700 см³

часов, пока не прекратится увеличение объема масла, выделяющегося в градуированной части приемника. Объем масла измеряют при 20°С. Плотность выделившегося масла определяют микропикнометром.

4.4. Обработка результатов

Массовую долю веществ, перегоняющихся с насыщенным паром (летучих) в экстрактовых маслах (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V d_{20}^{20} \cdot 100}{m},$$

где V — объем выделившегося масла, см³;

d_{20}^{20} — относительная плотность выделившегося масла;

m — масса навески масла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,5%.

4.3, 4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕРАСТВОРИМОГО В СПИРТЕ ОСТАТКА В РЕЗИНОИДАХ

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении резиноида в спирте и взвешивании нерастворимого остатка.

5.2. Аппаратура и реактивы

Колба коническая по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³.

Фильтр пористый № 3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Шкаф сушильный.

5.3. Проведение анализа

В коническую колбу помещают 1 г анализируемого вещества, результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака, растворяют в 50 см³ 96%-ного этилового спирта при нагревании до 70—80°С на водяной бане и затем охлаждают до 0°С, погружая колбу в смесь из льда с водой и выдерживают при 0°С в течение 1 ч. Выпавший осадок фильтруют через фильтр, предварительно высушенный до постоянной массы. Остаток на фильтре промывают дважды этиловым спиртом (по 5 см³). Фильтр с осадком высушивают при температуре 100°С до постоянной массы.

5.4. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого остатка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\frac{m_1\cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка, г;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,2%.

5.3, 5.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

УДК 668.5:543.06:006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

ГОСТ 14618.12—78*

Методы определения температурных пределов перегонки, температуры плавления и застывания

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of distillation, melting and congelation temperature limits

Взамен ГОСТ 14618.12—69

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 ноября 1978 г. № 3170 срок введения установлен

с 01.01.80

Постановлением Госстандарта от 30.10.84 № 3773 срок действия продлен до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

температурных пределов перегонки;

температуры плавления в капилляре;

температуры плавления на шарике термометра с использованием нагревательного блока;

температуры застывания.

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 1041—73 в части, касающейся определения температуры застывания.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПРЕДЕЛОВ ПЕРЕГОНКИ

2.1. Аппаратура

Колба круглодонная по ГОСТ 25336—82, вместимостью 250 см³.

Термометр по ГОСТ 2045—71, укороченный с ценой деления 1 или 0,5°С.

Холодильник Либиха по ГОСТ 25336—82, конец которого должен быть загнут или с аллонжем.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (март 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1984 г. (ИУС 2—85).*

Холодильник с воздушным охлаждением, длиной 600—800 мм, диаметром 20 мм (в случае перегонки жидкости с температурой кипения выше 120°С).

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 см^3 с ценой деления 1 см^3.

Барометр.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Колбонагреватель с электрообогревом любого типа

2.2. Проведение анализа

В сухую колбу для перегонки при помощи цилиндра наливают 100 см^3 анализируемой жидкости так, чтобы жидкость не попала в отводную трубку. В колбу помещают несколько запаянных с одной стороны капилляров или кусочков неглазурованного фарфора. В горловину колбы вставляют термометр так, чтобы ось его совпадала с осью колбы, а верх ртутного резервуара термометра находился на одном уровне с нижней стенкой отводной трубки в месте ее спая. Отводную трубку колбы соединяют с внутренней трубкой холодильника. Положение колбы регулируют таким образом, чтобы отводная трубка входила в холодильник на половину своей длины. В качестве приемника для отгоняемой жидкости используют то же цилиндр, поставив его так, чтобы загнутый конец холодильника или аллонжа касался его стенок. Перед началом перегонки отмечают барометрическое давление. Первая капля дистиллята должна упасть с конца холодильника не ранее, чем через 10 мин и не позднее, чем через 15 мин с начала нагрева. Перегонку ведут со скоростью 3—4 см^3/мин.

За температуру начала перегонки считают температуру, при которой пятая капля дистиллята падает в цилиндр-приемник.

За температуру конца перегонки считают температуру, при которой в приемник отгоняется объем жидкости, указанный в нормативно-технической документации на соответствующее вещество.

Наблюдаемые температуры приводят к нормальному давлению.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5°С.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Температуру при нормальном давлении 760 мм рт. ст. (t) в градусах вычисляют по формуле

$$t = t_{\text{н}} \pm \Delta t_1 + \Delta t_2 \pm \Delta t_3,$$

где $t_{\text{н}}$ — наблюдаемая температура анализа, °С;

Δt_1 — поправка на барометрическое давление, вычисляемое по п. 2.3.2;

t_2 — поправка на выступающий над пробкой столбик ртути термометра, вычисляемая по п. 2.3.3;

Δt_3 — поправка к термометру по паспорту, °С.

2.3.2. Наблюдаемое давление приводят к 0°С, вычитая из показаний барометра:

2 мм рт. ст. при температуре окружающей среды 13—20°С;

3 мм рт. ст. при температуре окружающей среды 21—28°С;

4 мм рт. ст. при температуре окружающей среды 29—35°С.

В зависимости от температурных пределов перегонки к наблюдаемому давлению далее по таблице вносят поправку в градусах на каждый миллиметр ртутного столба разности между нормальным и наблюдаемым давлением, приведенным к 0°С.

Температурные пределы, °С	Поправка, °С на мм рт. ст.
10—30	0,035
30—50	0,038
50—70	0,040
70—90	0,042
90—110	0,045
110—130	0,047
130—150	0,050
150—170	0,052
170—190	0,054
190—210	0,057
210—230	0,059
230—250	0,062
250—270	0,064
270—290	0,066
290—310	0,069
310—330	0,071
330—350	0,074
351—360	0,075

Δt_1 в градусах вычисляют умножением найденной поправки на разность между наблюдаемым и нормальным давлением.

При давлении ниже 760 мм рт. ст. поправку прибавляют, в противном случае — вычитают.

2.3.3. Поправку на выступающий над пробкой столбик ртути термометра (Δt_2) вычисляют по формуле

$$\Delta t_2 = 0{,}00016 h (t_1 - t_2),$$

где 0,00016 — коэффициент расширения ртути в стекле;

h — высота столбика ртути, выступающего над пробкой, выраженная в градусах шкалы термометра;

t_1 — наблюдаемая температура анализа, °С;

t_2 — температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, °С.

Найденную поправку прибавляют к температуре, вычисленной для нормального давления.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ В КАПИЛЛЯРЕ

3.1. Аппаратура и материалы

Прибор для определения температуры плавления (черт. 1).

Термометр по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2045—71.

Капилляры.

Горелка газовая по ГОСТ 21204—83 или спиртовка лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82 или электроплитка закрытого типа по ГОСТ 14919—83.

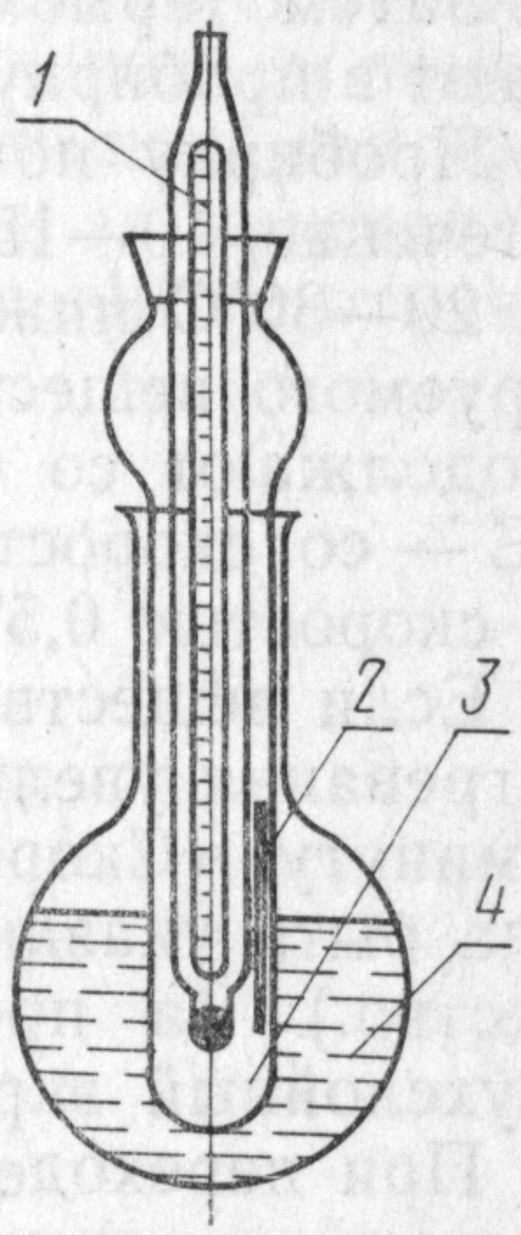
Трубка стеклянная высотой 0,8—1,0 м.

Экран защитный двухслойный из силикатного и органического стекла.

Ступка агатовая или стеклянная фарфоровая.

Масло вазелиновое по ГОСТ 20799—75 или другой инертный теплоноситель.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



1 — термометр; *2* — капилляр; *3* — пробирка с шаровидным расширением вверху с внутренним диаметром около 25 мм; *4* — круглодонная колба вместимостью 200 мл, имеющая у верхнего края горла отверстие диаметром 2—3 см

Черт. 1

3.2. Подготовка к анализу

Пробирку помещают на $^1/_4$ в колбу, наполненную на $^2/_3$ объема вазелиновым маслом так, чтобы между дном колбы и дном пробирки было расстояние 1—2 см.

Пробирку закрывают корковой пробкой со вставленным в нее термометром, к которому при помощи резинового кольца прикреплены капилляры с анализируемым веществом так, чтобы ртутный резервуар термометра и капилляры находились в середине слоя жидкости, а резиновое кольцо находилось выше уровня жидкости.

Прибор помещают на асбестовую сетку, укрепляют на штативе и обогревают горелкой.

3.3. Проведение анализа

Небольшое количество анализируемого вещества тщательно растирают в агатовой или стеклянной ступке и помещают в запаянный с одного конца стеклянный капилляр (капилляр должен быть запаян так, чтобы на донышке его не было шарика из стекла) длиной 40—50 мм и внутренним диаметром 0,8—1,0 мм. При определении температуры плавления мазеобразных и низкоплавких кристаллических веществ анализируемое вещество заливается в капилляр в расплавленном состоянии, затем капилляр охлаждается до комнатной температуры. Слой вещества уплотняют 10—15-кратным бросанием капилляра запаянным концом вниз через стеклянную трубку высотой 0,8—1,0 м, установленную вертикально на часовое стекло. После этого капилляр, содержащий слой

уплотненного вещества высотой не менее 2 и не более 3 мм, прикрепляют при помощи тонкого резинового кольца к термометру так, чтобы слой анализируемого вещества находился на одном уровне с ртутным резервуаром термометра.

При определении температуры плавления трудноуплотняющихся веществ небольшие порции их уплотняют вторым капилляром меньшего диаметра, запаянным с одного конца.

Затем термометр с прикрепленным к нему капилляром помещают в пробирку прибора, как показано на черт. 1.

Пробирку помещают в колбу, которую нагревают так, чтобы в течение 10—15 мин жидость в колбе нагрелась до температуры на 20—30°С ниже предполагаемой температуры плавления анализируемого вещества. В интервале следующих 10—15°С нагревание продолжают со скоростью 2°С в минуту, в интервале следующих 5°С — со скоростью 1°С в минуту и в пределах последних 5°С — со скоростью 0,5°С в минуту.

Если вещество в процессе нагревания разлагается, то скорость нагревания увеличивают в пределах последних 10—15°С до 2—4°С в минуту. (Скорость нагревания для разлагающихся веществ должна быть указана в нормативно-технической документации на вещество.) За процессом плавления наблюдают через защитный двухслойный экран из силикатного и органического стекла.

При переходе от твердого состояния к жидкому в капилляре с тонкоизмельченным веществом можно наблюдать три момента: в начале происходит усадка вещества, затем спекание и, наконец, плавление. При усадке вещество отстает от стенок капилляра, причем расплавление еще не наблюдается. При дальнейшем нагревании вещество спекается, причем на стекле часто появляются мельчайшие капельки жидкости. После этого наступает плавление, при котором в капилляре, наряду с жидкостью, находятся и твердые частички.

За начало плавления принимают первое появление жидкой фазы, образующей мениск, за конец плавления — момент полного расплавления вещества (исчезновение последних твердых частиц в расплавленной пробе). Обе температуры отмечают.

Интервал между температурами начала и конца плавления считают интервалом температуры плавления вещества. При необходимости отмечают только начало плавления.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2°С.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ НА ШАРИКЕ ТЕРМОМЕТРА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА

4.1. Аппаратура

Блок нагревательный, изображенный на черт. 2.

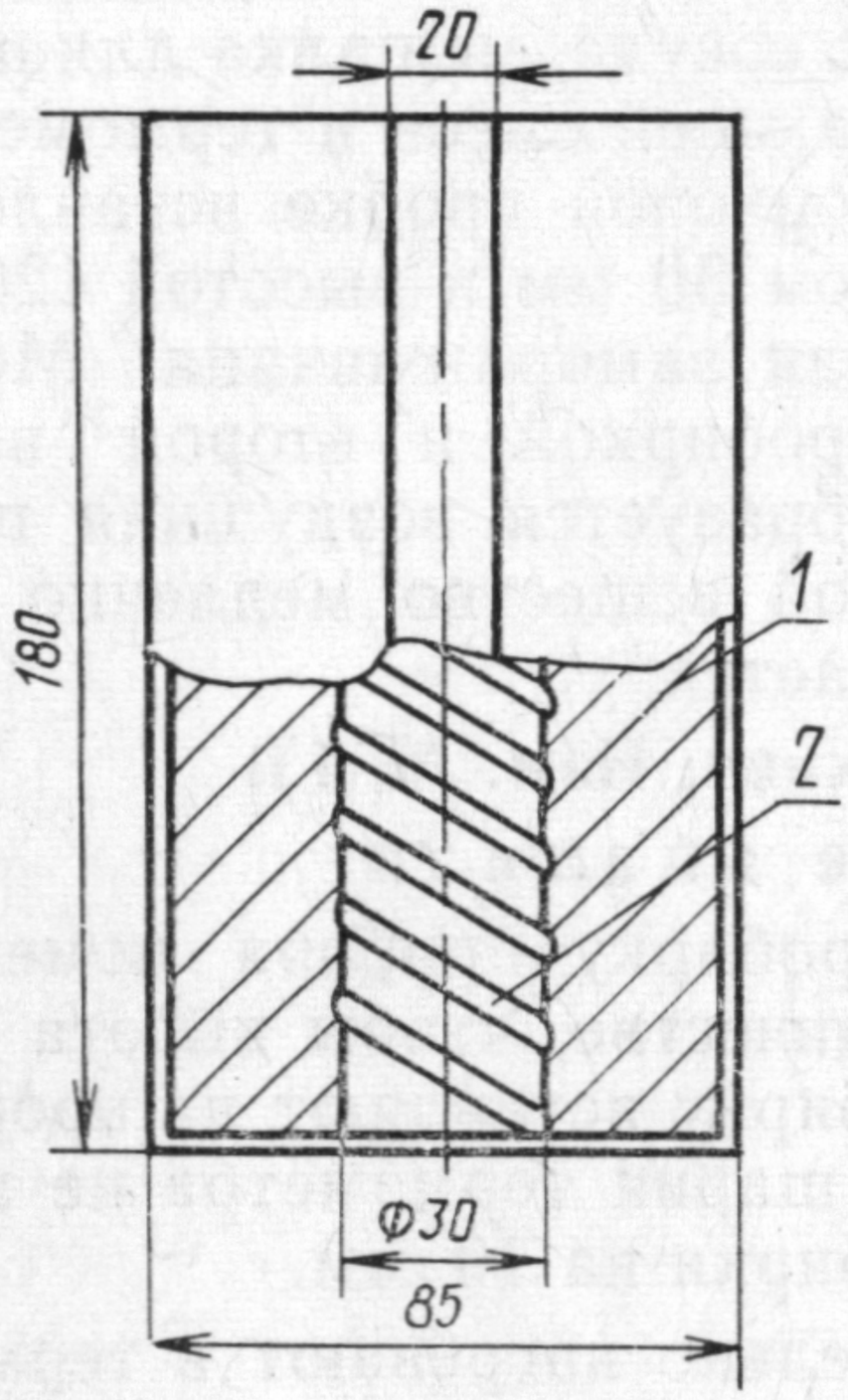
Автотрансформатор по ГОСТ 7518—83.

Термометр лабораторный по ГОСТ 215—73 или ГОСТ 2045—71.

Линза монокулярная по ГОСТ 23265—78 или увеличительное устройство микроскопа с 50—200^{x} увеличением.

4.2. Проведение анализа

На шарик термометра наносят небольшое количество растертых кристаллов анализируемого вещества. Термометр помещают в углубление на крышке нагревательного блока и включают электрический ток через автотрансформатор, регулируя подъем температуры так, чтобы при приближении к точке плавления температура повышалась на 1—2°С в 1 мин. Наблюдение за кристаллами ведут через микроскоп. Когда вещество расплавится, отмечают показания термометра.



1 — изоляция; *2* — нихромовая спираль

Черт. 2

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2°С.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАСТЫВАНИЯ

5.1. Аппаратура и материалы

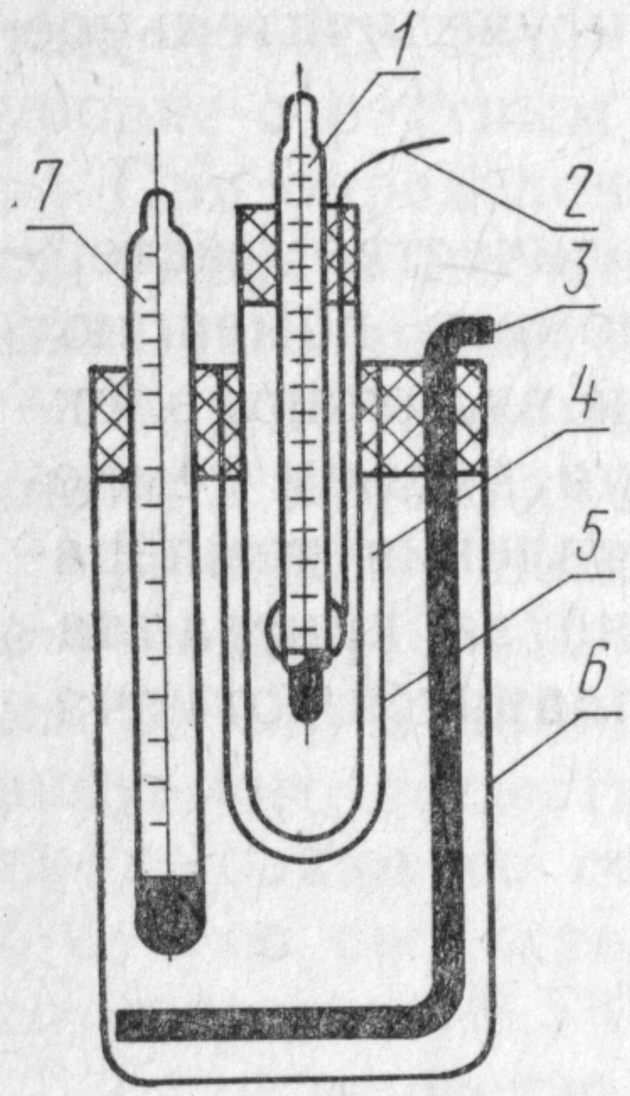
Термометр по ГОСТ 2045—71, укороченный или лабораторный по ГОСТ 215—73 с ценой деления 0,5—1°С и пределом измерения не более чем 0—250°С.

Секундомер по ГОСТ 5072—72.

Смеси для охлаждающей бани: вода со снегом или толченым льдом — для температуры до 0°С.

Смесь из снега или толченого льда с поваренной солью (10 : 3) — для температуры до минус 10°С.

Прибор Жукова или прибор, изображенный на черт. 3.



1, 7 — термометры; *2, 3* — мешалки; *4* — вторая пробирка; *5* — первая пробирка; *6* — химический стакан

Черт. 3

Прибор состоит из наружного толстостенного стеклянного сосуда (стакана) диаметром 120 мм и высотой 160 мм с металлической крышкой или корковой пробкой; через середину крышки или пробки проходит широкая пробирка диаметром 50 мм и высотой 150—180 мм, доходящая почти до дна наружного стеклянного сосуда, мешалка для перемешивания охлаждающей смеси и термометр. В эту пробирку на корковой пробке вставлена пробирка диаметром 30 мм и высотой 120—150 мм — пробирка для замораживания. Между первой широкой пробиркой и второй внутренней пробиркой образуется воздушная прослойка, из-за которой вещество медленно и равномерно охлаждается.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Проведение анализа

Во внутреннюю пробирку прибора помещают анализируемое вещество в таком количестве, чтобы высота его слоя была не менее 50 мм. В эту пробирку вставляют на пробке мешалку и термометр, чтобы ртутный шарик термометра не прикасался к стенкам и отстоял от дна пробирки на 10 мм.

Прибор предварительно нагревают в термостате до температуры на 10—15°С выше предполагаемой температуры застывания анализируемого вещества. При определении температуры застывания, превышающей комнатную температуру более чем на 10°С, прибор с расплавленным веществом оставляют на воздухе. При определении более низких температур застывания прибор погружают в охлаждающую баню с температурой примерно на 10°С ниже температуры застывания анализируемого вещества. Прибор с расплавленным веществом оставляют в покое до тех пор, пока вещество не начнет застывать (вещество застывает без переохлаждения) или температура вещества не будет на 2—3°С ниже предполагаемой температуры застывания (вещество способно переохлаждаться). В последнем случае вещество начинают осторожно перемешивать термометром, не касаясь дна и стенок прибора. Если при этом кристаллизация не начинается, то добавляют «зат-

равку». С момента прекращения понижения температуры или начала ее подъема перемешивание прекращают.

За температуру застывания веществ, способных переохлаждаться, принимают высшую точку подъема температуры.

За температуру застывания непереохлаждающихся веществ принимают температуру, сохраняющуюся в течение процесса его кристаллизации.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2°С.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 14618.0—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Правила приемки, отбор проб и методы органолептических исследований . .	3
ГОСТ 14618.1—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения хлора	6
ГОСТ 14618.2—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения карбонильных соединений	14
ГОСТ 14618.3—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения перекисей	31
ГОСТ 14618.4—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения ненасыщенных соединений	36
ГОСТ 14618.5—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа	42
ГОСТ 14618.6—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения воды	49
ГОСТ 14618.7—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения кислот, ангидридов кислот и сложных эфиров . .	57
ГОСТ 14618.8—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения спиртов и фенолов	65
ГОСТ 14618.9—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Метод определения угла вращения и величины удельного вращения плоскости поляризации	82
ГОСТ 14618.10—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения плотности и показателя преломления	85
ГОСТ 14618.11—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения растворимости, летучих веществ и примесей . .	91
ГОСТ 14618.12—78	Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения температурных пределов перегонки, температуры плавления и застывания	96

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *А. М. Трофимова*

Сдано в набор 20.01.86. Подп. к печати 05.08.86. 6,5 усл. печ. л. 6,63 усл. кр.-отт. 6,47 уч.-изд. л.
Тираж 4000 экз. Цена 30 коп. Зак. 1328

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский п., 3.
ПО «Чертановская типография» Управления издательств, полиграфии и книжной торговли Мосгорисполкома. 113545, Москва, Варшавское ш., 129а.