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

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Срок действия с 01.01.80
до 01.01.95

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

Пробирка П1—16—150 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—10 или 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Эфир петролейный обезвоженный.

Пипетка 4(5)—1—1(2) или 6(7)—1—5 по ГОСТ 20292—74.

Термометр по ГОСТ 28498—90.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Проведение анализа

В пробирку отмеривают 0,5 см³ анализируемого вещества, приливают 10 см³ обезвоженного петролейного эфира и тщательно перемешивают. Появление мутности указывает на присутствие воды.

gost.e-ecolog.ru

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 АКОВ-10 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.

Цилиндр 1(3)—100 или 1(3)—250 по ГОСТ 1770—74.

Секундомер по нормативно-технической документации предприятия.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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).**

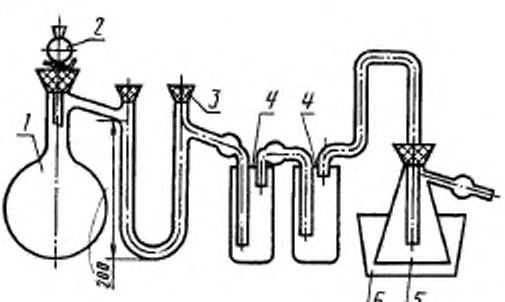
4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ ТИТРОВАНИЕМ РЕАКТИВОМ ФИШЕРА

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; *2*—капельная воронка; *3*—U-образная трубка; *4*—склянка; *5*—колба с тубусом; *6*—водяная баня

Черт. 1

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336—82.

Колба КП-2—1000 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Воронка ВД-1(3)—50 ХС по ГОСТ 25336—82.

Трубка ТХ-И-2—150 по ГОСТ 25336—82.

Склянка СВБ по ГОСТ 25336—82.

Колба Кн-2—100—34 и Кн-2—1000—42 по ГОСТ 25336—82.
Колба 1—2000 по ГОСТ 25336—82.
Пипетка 6—1—5 по ГОСТ 20292—74.
Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.
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» по ГОСТ 24363—80.
Кальций хлористый 2-водный.
Медь сернокислая безводная по научно-технической документации.

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

Весы лабораторные технические типа ВЛТ-200.
Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.
Трубка ТХ-П-1—17 по ГОСТ 25336—82.
Цилиндр 1(3)—250 и 1—1000 по ГОСТ 1770—74.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 колбу с тубусом вместимостью 2,5 см³. 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 пиросернистокис-

лого натрия, находящегося в колбе, и осушают, пропуская через систему, состоящую из U-образной трубки с прокаленным хлористым кальцием, склянки с серной кислотой и пустой склянки (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/дм³ (0,003 г/см³).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2.3. *Установка титра реактива Фишера*

Для установки титра реактива Фишера следует применять микробюретки с ценой деления 0,02 см³, снабженные хлоркальциевой трубкой и наглухо соединенные со склянкой, содержащей реактив Фишера.

Титром реактива Фишера считают количество граммов воды, эквивалентное 1 см³ 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, см³.

4.3. 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 и титруют реактивом Фишера до появления бурой окраски.

Навеска может быть растворена в 5—10 см³ 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, см³;

V_2 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в навеске и метаноле, см³;

V_3 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в метаноле, см³;

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 Кн-2—100—34 и Кн-2—1000—42 по ГОСТ 25336—82.

Колба КП-2—1000 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Воронка ВД-1(3)—50 ХС по ГОСТ 25336—82.

Трубка ТХ-И-2—150 по ГОСТ 25336—82.

Склянка СВТ по ГОСТ 25336—82.

Пипетка автоматическая, вместимостью 10 см³.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

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

Йод по ГОСТ 4159—79.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Натрий сернистокислый пиро.

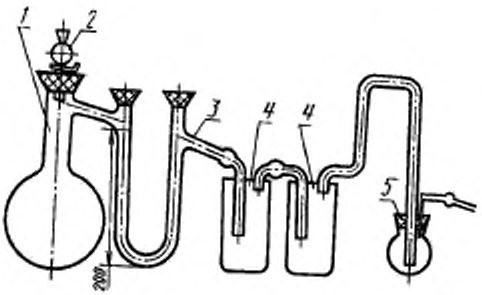
Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Весы лабораторные технические типа ВЛТ-200.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336—82.

Колба К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.



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

Черт. 2

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—100 и 1 1000 по ГОСТ 1770 74.

Трубка ТХ-П-1—17 по ГОСТ 25336—82.

Кальций хлористый 2-водный.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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, и осушают, пропуская через систему, состоящую из U-образной трубки с прокаленным хлористым кальцием, склянки с серной кислотой и пустой склянки (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. Аппаратура 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.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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, израсходованный на титрование воды в навеске и метаноле, см³;

V_1 — объем реактива, израсходованный на титрование воды в метаноле, см³.

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 см³ 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, см³;

V_1 — объем реактива, израсходованный на титрование воды в метаноле, см³;

m — масса навески вещества, г.

T_1 — титр раствора.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхожения 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).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

С. А. Войткевич, канд. хим. наук; **А. А. Зеленецкая**, канд. хим. наук; **Н. Н. Калинина**, канд. хим. наук; **С. И. Зотова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.78 № 3172

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.6—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 199—78	5.2
ГОСТ 1594—69	3.2
ГОСТ 1770—74	2.1; 3.2; 4.2; 5.2
ГОСТ 2222—78	4.2
ГОСТ 4159—79	4.2; 5.2
ГОСТ 4204—77	4.2; 5.2
ГОСТ 5789—78	3.2
ГОСТ 5955—75	3.2
ГОСТ 6709—72	6.2
ГОСТ 6995—77	4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 8422—76	5.2
ГОСТ 9880—76	3.2
ГОСТ 9949—76	3.2
ГОСТ 13647—78	4.2
ГОСТ 14618.0—78	1.1
ГОСТ 14870—77	6.2
ГОСТ 14919—83	3.2
ГОСТ 20292—74	2.1; 4.2; 5.2
ГОСТ 24104—88	4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 24363—80	4.2
ГОСТ 25336—82	2.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 28498—90	2.1

5. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1681

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, утктябре 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 2—85, 9—89)

gost.e-ecolog.ru