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

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

ГОСТ 14618.1—78

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 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 П-1—100(250)—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

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

Холодильник ХПТ-2—400(600)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Воронка ВД-1(2)—100(250) ХС по ГОСТ 25336—82.

Баня песчаная.

gost.e-ecolog.ru

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Квасцы железоаммонийные, насыщенный раствор, подкисленный серной кислотой.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей азотной кислоты 20%.

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, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или по ГОСТ 18300—87.

Цилиндр 1(3)—10 и 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

(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 П-1—100(250)—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

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

Холодильник ХПТ-2—400/600—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Баня песчаная.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50 по ГОСТ 1770—74.

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, раствор с массовой долей хромовокислого калия 0,5%.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

(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,

бра, 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 П-1—100(250)—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

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

Холодильник воздушный длиной 100—150 см со шлифом.

Баня водяная.

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Калия гидроокись «чистый» по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (KOH) = 0,5 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,1 моль/дм³.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³.

Квасцы железоаммонийные, насыщенный водный раствор.

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей фенолфталеина в спирте 1%.

Конго красный для приготовления индикаторной бумаги.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или по ГОСТ 18300—87.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770—74.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор с массовой долей азотной кислоты 20%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техниче-

скими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

(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.

(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 аммо-

ния, 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 (хлорокислоты)

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 П-1—100(250)—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

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

Холодильник ХПТ-2—400(600)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Баня песчаная.

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164—75, калия гидроокись «чистый» по ГОСТ 24363—80, раствор концентрации c (KOH) = 0,5 моль/дм³ в растворе с массовой долей этиленгликоля 50%.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c ($\frac{1}{2}H_2SO_4$) = 0,5 моль/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм³.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор концентрации c (NH_4SCN) = 0,1 моль/дм³.

Квасцы железоаммонийные, насыщенный водный раствор.

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей фенолфталеина в спирте 1%.

Конго красный для приготовления индикаторной бумаги.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

(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.

Обработку результатов проводят по п. 4.3.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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 (I) азотнокислая по ГОСТ 4521—78, раствор концентрации $c\ (^1/_2\ Hg_2NO_3)_2 \cdot 2H_2O) = 0{,}1$ моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор концентрации $c\ (HNO_3) = 0{,}1$ моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или по ГОСТ 18300—87.

Дифенилкарбазон, спиртовой раствор с массовой долей дифенилкарбазона 1%.

Индикаторная бумага универсальная.

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

Колба П-1—100(250)—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1—10 по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 7-2—10 по ГОСТ 20292—74.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6.3. Проведение анализа

0,1—1 г анализируемого вещества (в зависимости от предпо-

лагаемого 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).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А. А. Зеленецкая, канд. хим. наук; **Н. Н. Калинина**, канд. хим. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.78 № 3170**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14618.1—69**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1277—75	2.2; 3.2; 4.2; 5.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 3.2; 4.2; 6.2
ГОСТ 2603—79	3.2
ГОСТ 3273—75	2.2
ГОСТ 4204—77	4.2; 5.2
ГОСТ 4232—74	3.2
ГОСТ 4459—75	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 4.2; 6.2
ГОСТ 4521—78	6.2
ГОСТ 5962—67	2.2; 4.2; 6.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.2; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 9949—76	2.2
ГОСТ 10164—75	5.2
ГОСТ 14618.0—78	1.1
ГОСТ 18300—87	2.2; 4.2; 6.2
ГОСТ 20292—74	2.2; 3.2; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 24104—88	2.2; 3.2; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 24363—80	5.2
ГОСТ 25336—82	2.2; 3.2; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 25794.3—83	2.2.1; 3.2.1; 4.2.1; 5.2.1; 6.2.1
ГОСТ 27067—86	2.2; 4.2; 5.2

5. **СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 г. Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1679**

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

gost.e-ecolog.ru