МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1271— 2014

Масла эфирные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛЬНОГО ЧИСЛА

Метод со свободными гидроксиламинами

(ISO 1271:1983, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «ПАРФЮМТЕСТ» (АНО «ПАРФЮМТЕСТ») на основе перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 сентября 2014 г. № 1061-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1271—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1271:1983 «Масла эфирные. Определение карбонильного числа. Метод со свободными гидроксиламинами» («Essential oils — Determination of carbonyl value — Free hydroxylamine method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 217 «Косметика» Международной организации по стандартизации (ISO).

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1983 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Оборудование 2
7 Отбор проб 2
8 Проведение испытания 3
9 Расчеты 3
10 Протокол испытания 4
Приложение А Модифицированная методика, используемая для сильно окрашенных эфирных масел, когда невозможно применить потенциометрический метод 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 6
Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Масла эфирные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛЬНОГО ЧИСЛА

Метод со свободными гидроксиламинами

Essential oils. Determination of carbonyl value. Free hydroxylamine method

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения карбонильного числа в эфирных маслах. Настоящий метод распространяется на эфирные масла, содержащие карбонильные соединения (особенно кетоны, за исключением метилкетонов), которые трудно оксимируются методом, установленным ISO 1279 [1].

Метод не распространяется на эфирные масла, содержащие заметные количества эфиров или других компонентов, вступающих в реакцию с щелочью.

Стандарты, устанавливающие требования к индивидуальным эфирным маслам, должны ссылаться либо на этот метод, либо на метод с гидроксиламином, установленный ISO 1279[1)] [1].

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 212, Essential oils — Sampling (Эфирные масла. Отбор проб)

ISO 356, Essential oils — Preparation of test samples (Эфирные масла. Подготовка образцов для испытаний)

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] ISO 1279 «*Эфирные масла. Определение карбонильного числа. Потенциометрические методы с применением гидроксиламмонийхлорида*».

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **карбонильное число (эфирного масла)** [carbonyl value (of an essential oil)]: Количество миллиграммов гидроксида калия на грамм эфирного масла, необходимое для нейтрализации соляной кислоты, выделяющейся в реакции оксимирования с гидрохлоридом гидроксиламина.

Примечание — Оксимы — продукты реакции карбонильных соединений с гидроксиламином.

4 Сущность метода

Карбонильные соединения превращаются в оксимы при взаимодействии со свободным гидроксиламином, который выделяется при смешивании гидрохлорида гидроксиламина с гидроксидом калия.

Избыток щелочи титруют раствором соляной кислоты колориметрически или потенциометрически.

5 Реактивы

При проведении испытания следует использовать реактивы аналитической степени чистоты, а также дистиллированную воду или воду аналогичной степени чистоты.

5.1 Кислота соляная, титрованный раствор, $c(HCl) \sim 0{,}5$ моль/дм^3.

5.2 Раствор гидроксида калия, $c(KOH) \sim 0{,}5$ моль/дм^3 в 95%-ном (по объему) этиловом спирте.

5.3 Бромфеноловый синий, спиртовой раствор.

Растворяют при нагревании 0,2 г бромфенолового синего в 3 см^3 спиртового раствора гидроксида калия, $c(KOH) = 0{,}1$ моль/дм^3, и 10 см^3 95%-ного (по объему) этилового спирта. После охлаждения разбавляют этиловым спиртом до 100 см^3.

5.4 Гидрохлорид гидроксиламина, спиртовой раствор.

Растворяют 50 г гидрохлорида гидроксиламина приблизительно в 100 см^3 воды, добавляют 10 см^3 спиртового раствора бромфенолового синего (см. 5.3) и разбавляют до 1000 см^3 95%-ным (по объему) этиловым спиртом. Добавляют спиртовой раствор гидроксида калия до тех пор, пока раствор не станет зеленым, если жидкость просматривается в тонком слое, или красным, если слой толстый.

20 см^3 раствора должны окрашиваться в лимонно-желтый цвет при добавлении к нему 0,05 см^3 раствора соляной кислоты (см. 5.1); другие 20 см^3 раствора должны окрашиваться в красный цвет при добавлении к нему 0,05 см^3 раствора гидроксида калия (см. 5.2).

Раствор устойчив в течение одной недели.

6 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование, а также следующее.

6.1 Для колориметрического титрования и потенциометрического титрования

6.1.1 Стеклянные колбы, устойчивые к щелочам, вместимостью 100—200 см^3, имеющие шлиф, закрывающиеся стеклянной пробкой или воздушным (обратным) холодильником длиной 1 м и внутренним диаметром 10 мм.

6.1.2 Пипетки вместимостью 20 и 50 см^3.

6.1.3 Бюретка вместимостью 25 см^3 с ценой деления 0,1 см^3.

6.1.4 Аналитические весы.

6.2 Для потенциометрического титрования

6.2.1 Потенциометр с набором стеклянных электродов.

6.2.2 Магнитная мешалка.

7 Отбор проб

Метод отбора проб приведен в ISO 212.

8 Проведение испытания

8.1 Проба для испытания

Пробу готовят в соответствии с ISO 356.

8.2 Порция пробы для испытания

Взвешивают с точностью до 1 мг в колбе (см. 6.1.1) количество эфирного масла, установленное в соответствующем стандарте.

8.3 Контрольный опыт

Одновременно с определением в таких же условиях проводят контрольный опыт, используя те же реактивы, но без порции пробы для испытания.

При потенциометрическом титровании (см. 8.4.2) важно, чтобы контрольный опыт был проведен непосредственно при определении при той же температуре.

8.4 Определение

8.4.1 Колориметрическое титрование

В колбу (см. 6.1.1), содержащую порцию пробы для испытания, с помощью пипетки (см. 6.1.2) вносят 20 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина (см. 5.4), добавляют пипеткой или бюреткой 15 $см^3$ раствора гидроксида калия (см. 5.2) и перемешивают.

Колбу с содержимым оставляют при комнатной температуре или кипятят с обратным холодильником в течение времени, установленного соответствующим стандартом на эфирное масло. Если проводили кипячение, колбу охлаждают, не снимая холодильника.

Титруют раствором соляной кислоты (см. 5.1) до зеленовато-желтого цвета. Титрование проводят при хорошем дневном освещении.

Примечание — Этот метод применим к слабо окрашенным эфирным маслам. Для сильно окрашенных эфирных масел применяют потенциометрическое титрование по 8.4.2. Если нет потенциометра, см. описание измененного определения в приложении А.

8.4.2 Потенциометрическое титрование

В колбу, содержащую порцию пробы для испытания, с помощью пипетки (см. 6.1.2) вносят 50 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина (см. 5.4) и добавляют другой пипеткой 25 $см^3$ спиртового раствора гидроксида калия (см. 5.2). Закрывают колбу стеклянной пробкой и хорошо перемешивают содержимое. Смесь оставляют при комнатной температуре или кипятят с обратным холодильником в течение времени, установленного соответствующим стандартом на эфирное масло.

Титруют потенциометрически раствором соляной кислоты (см. 5.1) при постоянном перемешивании магнитной мешалкой (см. 6.2.2).

Использование записывающего потенциометра значительно упрощает эту методику.

Объем раствора соляной кислоты вычисляют, используя точку эквивалентности на кривой титрования или замечая скачок pH. Следует подчеркнуть, что при испытании эфирного масла значение pH в конечной точке не всегда будет одинаковым, поэтому титрование до постоянного значения pH не допускается.

9 Расчеты

Карбонильное число, выраженное в миллиграммах гидроксида калия на грамм эфирного масла, вычисляют по формуле

$$56{,}1\frac{(V_0 - V_1)}{m}c,$$

где c — точная концентрация раствора соляной кислоты (см. 5.1), моль/$дм^3$;

m — масса порции пробы для испытания, г;

V_0 — объем раствора соляной кислоты (см. 5.1), использованный при титровании контрольный опыта, $см^3$;

V_1 — объем раствора соляной кислоты (см. 5.1), использованный при титровании образца, $см^3$.

Массовую долю карбонильных соединений в процентах в расчете на молекулярную массу альдегида или кетона вычисляют по формуле

$$\frac{M_r\left(V_0 - V_1\right)}{10m}c,$$

где M_r — относительная молекулярная масса альдегида или кетона, указанная в стандарте на эфирное масло.

Результаты выражают с точностью до второго десятичного знака.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать используемый метод и полученный результат. Он должен также содержать все операции, не предусмотренные настоящим стандартом или необязательные, а также любые условия, которые могли бы повлиять на результат испытания.

Протокол испытания должен включать все данные, необходимые для полной идентификации пробы.

Приложение А

Модифицированная методика, используемая для сильно окрашенных эфирных масел, когда невозможно применить потенциометрический метод

В колбу (см. 6.1.1) с помощью пипетки (см. 6.1.2) вносят 20 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина (см. 5.4), добавляют пипеткой или из бюретки 10 $см^3$ раствора гидроксида калия и перемешивают.

Переносят смесь в колбу, содержащую порцию пробы для испытания, а первую колбу оставляют пустой, не ополаскивая ее. Затем реакционную колбу оставляют при комнатной температуре или кипятят с обратным холодильником в течение времени, установленного соответствующим стандартом на эфирное масло. Если реакцию проводят при нагревании, то охлаждают содержимое колбы, не снимая холодильника.

Титруют раствором соляной кислоты (см. 5.1) до зеленовато-желтого цвета.

Переносят половину содержимого в первую колбу и нейтрализуют раствор до лимонно-желтого цвета, переносят в другую колбу, перемешивают и снова половину раствора переносят в первую колбу.

Повторяют операцию до тех пор, пока добавление двух капель раствора соляной кислоты (см. 5.1) к раствору, содержащемуся в одной из двух колб, не вызовет изменение окраски при сравнении с раствором, содержащимся в другой колбе.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 212	IDT	ГОСТ ISO 212—2014 «Эфирные масла. Отбор проб»
ISO 356	IDT	ГОСТ ISO 356—2014 «Эфирные масла. Подготовка проб для испытаний»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 1279 Essential oils — Determination of carbonyl value — Potentiometric methods using hydroxylammonium chloride (Эфирные масла. Определение карбонильного числа. Потенциометрические методы с применением гидроксиламмонийхлорида)

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.60

Ключевые слова: эфирные масла, карбонильное число, свободные гидроксиламины

Редактор *Д.А. Кожемяк*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *А.В. Софейчук*

Сдано в набор 20.09.2019. Подписано в печать 30.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru