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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 3794— 2015

МАСЛА ЭФИРНЫЕ (СОДЕРЖАЩИЕ ТРЕТИЧНЫЕ СПИРТЫ)

Оценка содержания свободных спиртов путем определения эфирного числа после ацетилирования

(ISO 3794:1976, 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 собственного 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 22 июля 2015 г. № 78-П)

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 26 августа 2015 г. № 1202-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 3794—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3794:1976 «Масла эфирные (содержащие третичные спирты). Оценка содержания свободных спиртов путем определения эфирного числа после ацетилирования» [«Essential oils (containing tertiary alcohols) — Estimation of free alcohols content by determination of ester value after acetylation», IDT].

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 54 «Эфирные масла» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых 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, 1976 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАСЛА ЭФИРНЫЕ (СОДЕРЖАЩИЕ ТРЕТИЧНЫЕ СПИРТЫ)

Оценка содержания свободных спиртов путем определения эфирного числа после ацетилирования

Essential oils (containing tertiary alcohols).
Estimation of free alcohols content by determination of ester value after acetylation

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод оценки содержания свободных спиртов в эфирных маслах путем определения эфирного числа после ацетилирования[1)].

Метод, описанный в настоящем стандарте, применяют для эфирных масел, содержащих значительное количество третичных спиртов, а именно линалоол и терпинеол, на которые не распространяется действие ISO/R 1241.

Метод, описанный в настоящем стандарте, не применяют для эфирных масел, содержащих значительное количество фенолов, антранилатов, лактонов и альдегидов, как установлено в ISO/R 1241.

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 (Масла эфирные. Отбор проб)

ISO 356, Essential oils — Preparation of test samples (Масла эфирные. Подготовка проб для испытаний)

ISO/R 709, Essential oils — Determination of ester value (Масла эфирные. Определение эфирного числа)

ISO/R 1241, Essential oils — Determination of ester value after acetylation and evaluation of free alcohols and total alcohols content (Масла эфирные. Оценка содержания свободных спиртов путем определения эфирного числа после ацетилирования).

3 Термин и определение

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **эфирное число после ацетилирования** (ester value after acetylation): Количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации кислот, выделенных в реакции гидролиза эфиров, содержащихся в 1 г эфирного масла после ацетилирования.

4 Сущность метода

Ацетилирование эфирного масла проводят ацетилхлоридом и уксусным ангидридом в присутствии диметиланилина. Проводят выделение и высушивание ацетилированного масла. Определение эфирного числа проводят после ацетилирования. Вычисление содержания свободных спиртов проводят с учетом эфирного числа такого же, но не ацетилированного масла.

[1)] Этот метод также известен как «метод Fiore».

Издание официальное

5 Реактивы

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

5.1 Ацетилхлорид.

5.2 Диметиланилин, свежеперегнанный и свободный от монометиланилина и анилина.

5.3 Ангидрид уксусный, массовая доля не менее 98 %.

5.4 Сульфат магния или сульфат натрия безводный, свежеобезвоженный и размолотый в порошок.

5.5 Натрия сульфат (Na_2SO_4), раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

5.6 Кислота соляная, раствор.

Разводят пять частей соляной кислоты (плотность 1,19 г/см^3 при температуре 20 °С) в 100 объемных частях раствора сульфата натрия (см. 5.5).

5.7 Натрия гидрокарбонат, раствор.

Растворяют 50 г гидрокарбоната натрия в 1 дм^3 раствора сульфата натрия (см. 5.5).

5.8 Калия гидроксид, водный раствор c(KOH) = 0,1 моль/дм^3.

5.9 Калия гидроксид, стандартный титрованный раствор c(KOH) = 0,5 моль/дм^3 в 95%-ном (по объему) этиловом спирте.

5.10 Кислота соляная, стандартный титрованный раствор c(HCl) = 0,5 моль/дм^3.

5.11 Бумага лакмусовая.

5.12 Фенолфталеин, раствор массовой концентрации в 95%-ном (по объему) этиловом спирте.

6 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование, а также:

6.1 Прибор для ацетилирования, состоящий из круглодонной колбы для ацетилирования вместимостью 100 см^3, которую соединяют с помощью шлифа со стеклянной трубой длиной не менее 1 м и с внутренним диаметром около 10 мм, которая выступает в роли воздушного конденсатора. Колбу оснащают пробкой из шлифованного стекла.

Круглодонная колба и конденсатор должны быть хорошо просушены до использования.

6.2 Цилиндры мерные вместимостью 10 см^3.

6.3 Цилиндры мерные вместимостью 50 см^3.

6.4 Ванна с ледяной водой.

6.5 Баня водяная, поддерживающая температуру (40 ± 1) °С.

6.6 Баня с кипящей водой.

6.7 Воронка делительная вместимостью не менее 250 см^3.

6.8 Колба для омыления вместимостью 250 см^3 из щелочеустойчивого стекла.

6.9 Бюретки калиброванные вместимостью 50 см^3 с делением 0,1 см^3.

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 Определение эфирного числа до ацетилирования

Определяют эфирное число до ацетилирования в соответствии с ISO/R 709.

8.3 Ацетилирование

Отмеряют с помощью цилиндра (см. 6.2) 10 см^3 испытуемой пробы и наливают в круглодонную колбу (см. 6.1). Добавляют 20 см^3 диметиланилина (см. 5.2), тщательно перемешивают и охлаждают в ванне с ледяной водой (см. 6.4).

Затем добавляют, держа круглодонную колбу в ванне с ледяной водой, 8 см^3 ацетил хлорида (см. 5.1) и 5 см^3 уксусного ангидрида (см. 5.3). Убирают круглодонную колбу из ванны с ледяной водой и оставляют на 30 мин до достижения комнатной температуры. Помещают колбу в водяную баню (см. 6.5) при температуре (40 ± 1) °С и оставляют на 16 ч.

Охлаждают до комнатной температуры и наливают полученную смесь в делительную воронку (см. 6.7), затем промывают ацетилированное масло следующим образом:

a) дважды с 75 см^3 раствора сульфата натрия (см. 5.5);

b) не менее пяти раз с 50 см^3 раствора соляной кислоты (см. 5.6) до тех пор, пока осадок, полученный при промывании, не будет свободен от диметиланилина[1)];

c) дважды с 25 см^3 раствора гидрокарбоната натрия (см. 5.7);

d) дважды с 25 см^3 раствора сульфата натрия (см. 5.5).

После каждого промывания интенсивно встряхивают воронку в течение 30 с и оставляют до тех пор, пока не будут четко отделены два слоя. В течение последней операции проверяют нейтральность водного слоя лакмусовой бумажкой (см. 5.11).

Перемещают жирмасляный слой в колбу, высушивают безводным сульфатом магния или сульфата натрия (см. 5.4) и фильтруют.

8.4 Определение эфирного числа после ацетилирования

Определяют эфирное число после ацетилирования в соответствии с ISO/R 709.

9 Представление результатов

Массовую долю свободных спиртов, %, определяют по формуле

$$\frac{M(EV_2 - EV_1)}{561 - 0{,}42EV_2}, \qquad (1)$$

где M — молекулярная масса стандартного спирта, установленная в стандарте на исследуемое эфирное масло;

EV_1 — эфирное число масла до ацетилирования (см. 8.2), определяемое в соответствии с ISO/R 709;

EV_2 — эфирное число масла после ацетилирования (см. 8.4), определяемое в соответствии с ISO/R 709.

Объединенную массовую долю спиртов, %, определяют по формуле

$$\frac{M \cdot EV_1}{561}. \qquad (2)$$

Общую массовую долю спиртов в процентах получают сложением двух результатов, вычисленных по приведенным формулам.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать примененный метод и полученный результат. Он должен также содержать все условия проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или упомянутые в нем как необязательные, а также любые обстоятельства, которые могли бы повлиять на результат испытания.

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

[1)] Испытание на отсутствие диметиланилина: добавляют к 15 см^3 осадка, полученного при промывании, две капли насыщенного раствора перманганата калия. Интенсивно встряхивают. Если менее чем через 15 с появляется оранжево-желтый цвет, это означает, что диметиланилин присутствует.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 212	IDT	ГОСТ ISO 212—2014 «Масла эфирные. Отбор проб»
ISO 356	IDT	ГОСТ ISO 356—2014 «Масла эфирные. Подготовка проб для испытаний»
ISO/R 709	IDT	ГОСТ ISO 709—2014 «Масла эфирные. Метод определения эфирного числа»
ISO/R 1241	IDT	ГОСТ ISO 1241—2016 «Масла эфирные. Метод определения содержания свободных, связанных и общих спиртов»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.		

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.60

Ключевые слова: эфирные масла, третичные спирты, содержание свободных спиртов, эфирное число после ацетилирования

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 16.09.2019. Подписано в печать 24.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.

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 stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru