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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1241— 2016

МАСЛА ЭФИРНЫЕ

Метод определения содержания свободных, связанных и общих спиртов

(ISO 1241:1996, Essential oils — Determination of ester values, before and after acetylation, and evaluation of the contents of free and total alcohols, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 28 июня 2016 г. № 49)

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
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 сентября 2016 г. № 1137-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1241—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1241:1996 «Масла эфирные. Определение эфирного числа до и после ацетилирования, оценка содержания свободных и общих спиртов» («Essential oils — Determination of ester values, before and after acetylation, and evaluation of the contents of free and total alcohols», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

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

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА ЭФИРНЫЕ

Метод определения содержания свободных, связанных и общих спиртов

Essential oils.
Method of determination of the contents of alcohols

Дата введения — 2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла и устанавливает метод определения содержания свободных, связанных и общих спиртов, с предварительным определением эфирного числа масла до и после ацетилирования.

Метод не применяют для эфирных масел, содержащих значительное количество третичных спиртов (например, линалоол и терпениолы), которые полностью не ацетилируются.

Примечание — Для этих эфирных масел применяют метод, установленный в ISO 3794.

Метод не применяют для эфирных масел, содержащих значительное количество фенолов, лактонов, альдегидов и энольных соединений кетонов, которые ацетилируются со свободными спиртами.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты, которые являются обязательными. Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа.

ISO 212:1973 Essential oils. Sampling (Масла эфирные. Отбор проб)

ISO 356:1996 Essential oils — Preparation of test samples (Масла эфирные. Подготовка образцов для испытаний)

ISO 385-1:1984 Laboratory glassware. Burettes. Part 1: General requirements (Посуда лабораторная. Бюретки. Часть 1. Общие требования)

ISO 709:1980 Essential oils. Determination of ester value (Масла эфирные. Определение эфирного числа)

3 Определения

В настоящем стандарте используют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **эфирное число** (ester value): Количество гидроксида калия, мг, необходимое для нейтрализации кислот, высвобождаемых при гидролизе эфиров, содержащихся в 1 г эфирного масла.

3.2 **эфирное число после ацетилирования** (ester value after acetylation): Количество гидроксида калия, мг, необходимое для нейтрализации кислот, высвобождаемых при гидролизе эфиров, содержащихся в 1 г ацетилированного эфирного масла.

Издание официальное

4 Сущность метода

4.1 Проводят ацетилирование эфирного масла уксусным ангидридом в присутствии ацетата натрия, отделение и высушивание ацетилированного масла и определяют эфирное число по 4.2.

4.2 Определение эфирного числа масла до и после ацетилирования проводят по ISO 709.

4.3 Рассчитывают содержание свободного, связанного и общего спиртов по разности эфирных чисел до и после ацетилирования.

5 Реактивы

Используют только реактивы аналитической степени чистоты и дистиллированную, или деминерализованную воду, или воду аналогичной степени чистоты.

5.1 Реактивы для определения эфирного числа

5.1.1 Этанол (объемная доля — 95 %).

При температуре 20 °С, свеженейтрализованный раствором гидроксида калия (5.1.2) в присутствии цветного индикатора (5.1.4), использованного для определения.

5.1.2 Гидроксид калия, спиртовой раствор, c (KOH) = 0,5 моль/дм^3.

5.1.3 Соляная кислота, раствор, c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

5.1.4 Цветной индикатор.

Готовят раствор 2 г/дм^3 фенолфталеина в этаноле (объемная доля — 95 %) или, если эфирное масло содержит фенольные группы, 0,4 г/дм^3 фенольного красного в 20 % этаноле (объемная доля).

5.2 Реактивы для ацетилирования

5.2.1 Ангидрид уксусный, с массовой долей не менее 98 %.

5.2.2 Ацетат натрия, безводный, свежерасплавленный и измельченный.

5.2.3 Хлорид натрия, насыщенный раствор.

5.2.4 Карбонат натрия/хлорид натрия, насыщенный раствор безводного карбоната натрия в хлориде натрия, с концентрацией карбоната натрия 20 г/дм^3.

5.2.5 Сульфат магния, безводный, или сульфат натрия, безводный, свежевысушенный и измельченный.

5.2.6 Бумага лакмусовая.

6 Оборудование

Используют следующее лабораторное оборудование.

6.1 Оборудование для ацетилирования, включая колбу для ацетилирования вместимостью 100—250 см^3, с горлышком с притертой стеклянной пробкой, со стеклянной трубкой для работы в качестве обратного холодильника не менее 1 м длиной и не менее 10 мм внутренним диаметром.

Колба и холодильник должны быть тщательно просушены после использования.

6.2 Цилиндры мерные, вместимостью 10 см^3, с ценой деления 0,1 см^3.

6.3 Цилиндры мерные, вместимостью 50 см^3, с ценой деления 1 см^3.

6.4 Баня водяная, поддерживающая температуру от 40 °С до 50 °С.

6.5 Прибор подходящий для нагревания, используемый для кипячения уксусного ангидрида без локального перегрева.

6.6 Воронка делительная, включая щелочестойкую стеклянную колбу вместимостью 100—250 см^3, к которой может быть присоединен обратный холодильник не менее 1 м длиной и не менее 10 мм внутреннего диаметра.

6.7 Бюретка, вместимостью 50 см^3, с ценой деления 0,1 см^3, соответствующая требованиям ISO 385-1.

6.8 Весы аналитические.

7 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ISO 212.

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка пробы для испытания

Проба для испытания должна быть подготовлена по ISO 356.

8.2 Определение эфирного числа до ацетилирования

Эфирное число до ацетилирования определяют в соответствии с методом, изложенным в ISO 709.

8.3 Ацетилирование

Смешивают около 10 см^3 пробы для испытания (8.1), 10 см^3 уксусного ангидрида (5.2.1) и 2 г безводного ацетата натрия (5.2.2) в колбе для ацетилирования (6.1).

Добавляют кусочки пемзы или фарфора и присоединяют обратный холодильник к колбе.

Колбу нагревают на приборе для нагревания (6.5) и поддерживают жидкость при умеренном кипении в течение двух часов или в течение времени, установленного в стандарте на анализируемое эфирное масло.

По окончании жидкость охлаждают. Добавляют 50 см^3 дистиллированной воды и нагревают на водяной бане (6.4), поддерживающей температуру от 40 °С до 50 °С, в течение 15 мин, регулярно помешивая. Охлаждают до комнатной температуры, удаляют трубку обратного холодильника и перемещают жидкость в делительную воронку (6.6). Дважды промывают колбу 10 см^3 воды, собирают воду после промывания в делительную воронку. Ожидают, пока разделение фазы не завершится, затем отделяют и удаляют водную фазу.

Промывают масло, перемешивая последовательно:

a) 50 см^3 раствора хлорида натрия (5.2.3),

b) 50 см^3 раствора карбоната натрия/хлорида натрия (5.2.4),

c) 50 см^3 раствора хлорида натрия (5.2.3) и

d) 20 см^3 воды.

После проведения очистки лакмусовая бумага (5.2.6) при контакте с раствором должна оставаться нейтральной.

Сливают масляную фазу в сухую пробирку или колбу и перемешивают несколько раз в течение 15 мин с 3 г сульфата магния или натрия (5.2.5). Фильтруют. Повторяют операцию, перемешивая со следующими 3 г сульфата магния или натрия до того, как ацетилированное масло не будет свободно от воды (внешний вид сульфата натрия или магния не будет изменяться).

8.4 Определение эфирного числа после ацетилирования

Эфирное число масла после ацетилирования (8.3) определяют в соответствии с требованиями ISO 709, используя (2,00 ± 0,05) г отфильтрованного и высушенного ацетилированного масла и 50 см^3 раствора гидроксида калия (5.1.2).

9 Обработка результатов

9.1 Эфирное число после ацетилирования определяют по формуле

$$E_2 = \frac{28{,}05}{m}(V_0' - V_1'), \quad (1)$$

где m — масса пробы для испытания ацетилированного масла, г;

V_0' — объем раствора соляной кислоты (5.1.3), использованной на контрольный опыт, см^3;

V_1' — объем раствора соляной кислоты (5.1.3), использованной на определение эфирного числа после ацетилирования, см^3;

E_2 — эфирное число масла после ацетилирования (8.4) по ISO 709.

9.2 Содержание свободных спиртов, выраженное в процентах по массе, с учетом данного спирта определяют по формуле

$$\frac{M_r(E_2 - E_1)}{561 - 0{,}42E_2}, \quad (2)$$

где M_r — относительная молекулярная масса спирта, использованного для выражения результатов условно и которая установлена в стандарте на анализируемое эфирное масло;

E_1 — эфирное число масла до ацетилирования (8.2) по ISO 709;

E_2 — эфирное число масла после ацетилирования (8.4) по ISO 709.

Примечание — Формула (2) учитывает увеличение массы пробы для испытания в процессе ацетилирования.

9.3 Содержание связанных спиртов, выраженное в процентах по массе, с учетом данного спирта определяют по формуле

$$\frac{M_r E_1}{561}, \quad (3)$$

где M_r — относительная молекулярная масса спирта, использованного для выражения результатов условно, которая установлена в стандарте на анализируемое эфирное масло;

E_1 — эфирное число масла до ацетилирования (8.2) по ISO 709.

9.4 Содержание общих спиртов, выраженное в процентах по массе, с учетом данного спирта получают сложением значений, полученных в 9.2 и 9.3.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать ссылку на использованный метод и полученные результаты. Он также должен содержать любые условия проведения испытания, не установленные в настоящем стандарте или упомянутые в нем как необязательные, так же, как и любые обстоятельства, которые могли повлиять на результаты.

Протокол испытания должен включать все подробности для полной идентификации пробы.

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 212:2007	IDT	ГОСТ ISO 212—2014 «Масла эфирные. Отбор проб»
ISO 356:1996	IDT	ГОСТ ISO 356—2014 «Масла эфирные. Подготовка проб для испытаний»
ISO 385-1:1984	MOD	ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования»
ISO 709:1980	IDT	ГОСТ ISO 709—2014 «Масла эфирные. Метод определения эфирного числа»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичный стандарт;
- MOD — модифицированный стандарт.

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.60 IDT

Ключевые слова: эфирные масла, эфирное число до ацетилирования, эфирное число после ацетилирования, содержание спиртов

Редактор *Е.В. Костылева*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 19.09.2016. Подписано в печать 29.09.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 33 экз. Зак. 2362.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru