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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 1279— 2015

Масла эфирные

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНИЛЬНОГО ЧИСЛА

Потенциометрический метод с применением хлорида гидроксиламмония

(ISO 1279:1996, Essential oils — Determination of carbonyl value — Potentiometric method using hydroxylammonium chloride, 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 7 сентября 2015 г. № 1284-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 1279—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 1279:1996 «Масла эфирные. Определение карбонильного числа. Потенциометрический метод с применением хлорида гидроксиламмония» («Essential oils — Determination of carbonyl value — Potentiometric methods using hydroxylammonium chloride», IDT).

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

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

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. Апрель 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, 1996 — 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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНИЛЬНОГО ЧИСЛА

Потенциометрический метод с применением хлорида гидроксиламмония

Essential oils. Method for determination of carbonyl value. Potentiometric method using hydroxylammonium chloride

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два метода потенциометрического определения карбонильного числа эфирных масел, содержащих карбонильные соединения в виде альдегидов или кетонов.

Метод I (раздел 5) основан на реакции холодного оксимирования с использованием хлорида гидроксиламмония. Он применим к эфирным маслам, основные составляющие которых представляют собой легко оксимирующиеся альдегиды и кетоны, за исключением цитронеллаля, для которого необходима низкая температура, чтобы избежать явлений циклизации и ацеталирования.

Примечание

1 В случае цитронеллаля следует применять метод со свободным гидроксиламином, установленный в ISO 1271.

2 Примерами данных эфирных масел могут служить масла из сорго лимонного, гесперидия и руты.

Метод II (раздел 6) основан на реакции горячего оксимирования с использованием хлорида гидроксиламмония. Он применим к эфирным маслам, основные составляющие которых представляют собой кетоны, которые трудно оксимируются.

Примечание — Примерами данных эфирных масел могут служить масла из ветивера, далматского (лекарственного) шалфея и из белой полыни, которые содержат трудно оксимирующиеся метилкетоны.

Стандарт на конкретное эфирное масло устанавливает метод с применением свободного гидроксиламина, описанный в ISO 1271, или иной метод.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

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 1271:1983, Essential oils — Determination of carbonyl value — Free hydroxylamine method (Масла эфирные. Определение карбонильного числа. Метод с применением свободного гидроксиламина)

* Заменен на ISO 212:2007 «Essential oils — Sampling» («Масла эфирные. Отбор проб»). Однако для однозначного соблюдения требований настоящего стандарта, выраженного в датированной ссылке, рекомендуется использовать только указанное в этой ссылке издание.

Издание официальное

3 Термин и определение

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, которое необходимо для нейтрализации соляной кислоты, выделяющейся в реакции оксимирования с хлоридом гидроксиламмония.

4 Отбор проб

Отбор проб для испытания проводят в соответствии с требованиями ISO 212.

5 Метод I. Холодное оксимирование альдегидов с использованием хлорида гидроксиламмония

5.1 Сущность метода

Преобразование карбонильных соединений в оксимы с помощью реакции с хлоридом гидроксиламмония.

Потенциометрическое определение с использованием стандартного раствора гидроксида калия для нейтрализации соляной кислоты, выделяющейся в реакции оксимирования.

5.2 Реактивы

5.2.1 Гидроксид калия, стандартный раствор c (KOH) $\approx$ 0,5 моль/дм^3 в 95 %-ном (по объему) этаноле.

5.2.2 Гидроксид калия, стандартный раствор c (KOH) $\approx$ 0,1 моль/дм^3 в 95 %-ном (по объему) этаноле.

5.2.3 Этанол, 95 %-ный раствор (по объему).

5.2.4 Бромфеноловый синий, раствор концентрацией 2 г/дм^3.

Нагревают 0,2 г бромфенолового синего в 3 см^3 спиртового раствора гидроксида калия (см. 5.2.2) и в 10 см^3 этанола (см. 5.2.3). После охлаждения разбавляют этанолом до объема 100 см^3.

5.2.5 Хлорид гидроксиламмония, раствор концентрацией 50 г/дм^3.

Растворяют 50 г хлорида гидроксиламмония в 100 см^3 воды и добавляют приблизительно 800 см^3 этанола (см. 5.2.3). Нейтрализуют с помощью спиртового раствора гидроксида калия (см. 5.2.1) в присутствии 10 см^3 раствора бромфенолового синего (см. 5.2.4) до получения оттенка зеленого цвета, находящегося в середине диапазона изменения цвета индикатора (точка эквивалентности pH = 3,4) и разбавляют этанолом до объема 1000 см^3.

Примечание — Нейтрализованный раствор остается стабильным по меньшей мере в течение 1 нед.

5.3 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее:

5.3.1 Стакан химический вместимостью 100 см^3, высокий.

5.3.2 Бюретка лабораторная.

5.3.3 Регистратор.

5.3.4 Прибор для измерения pH.

5.3.5 Электрод стеклянный.

5.3.6 Принтер.

5.4 Метод определения

5.4.1 Подготовка пробы для испытания

Метод подготовки изложен в ISO 356.

5.4.2 Испытуемая порция пробы для испытания

Взвешивают от 1,0 до 1,5 г эфирного масла с точностью до третьего десятичного знака.

Примечание — Если испытуемая порция пробы для испытания должна быть больше, то это должно быть указано в соответствующем стандарте на конкретное эфирное масло.

5.4.3 Определение

Добавляют к испытуемой порции пробы для испытания (см. 5.4.2) 25 $см^3$ раствора хлорида гидроксиламмония (см. 5.2.5) и хорошо перемешивают. Добавляют три капли бромфенолового синего (см. 5.2.4) и хорошо перемешивают. Погружают в раствор стеклянный электрод (см. 5.3.5). Титруют раствором гидроксида калия (см. 5.2.1) и перемешивают содержимое до тех пор, пока показатель pH станет не более 4,20. Очень важно, чтобы во время определения показатель pH не превышал 4,20. Оставляют раствор на 15 мин. Титруют раствором гидроксида калия (см. 5.2.1) до точки эквивалентности [бромфеноловый синий меняет окраску с зеленого цвета на синий (см. 5.2.4)]. Точка эквивалентности приблизительно соответствует показателю pH 3,4.

5.4.4 Обработка результатов

5.4.4.1 Содержание карбонильных соединений, выраженное в процентном отношении к массе указанного в настоящем стандарте альдегида, вычисляют по формуле

$$\frac{M_r Vc}{10m},$$

где M_r — относительная молекулярная масса альдегида, указанного в настоящем стандарте, который распространяется на испытуемое эфирное масло;

V — объем раствора гидроксида калия (см. 5.2.1), который использовался для титрования, $см^3$;

c — точная концентрация раствора гидроксида калия, моль/$дм^3$;

m — масса испытуемой порции пробы для испытания, г.

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

$$56{,}1\frac{Vc}{m},$$

где обозначения символов аналогичны приведенным в 5.4.4.1.

6 Метод II. Метод горячего оксимирования кетонов с использованием хлорида гидроксиламмония

6.1 Сущность метода

Преобразование карбонильных соединений в оксимы с помощью реакции с хлоридом гидроксиламмония.

Определение с использованием раствора гидроксида калия для нейтрализации соляной кислоты, выделяющейся в реакции оксимирования.

6.2 Реактивы

Используют реактивы, указанные в 5.2.

6.3 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее:

6.3.1 Бюретка автоматическая, 50/0,1/B.

6.3.2 Стаканы химические высокие вместимостью 100 $см^3$.

6.3.3 Колба с обратным холодильником в виде трубки вместимостью 100 $см^3$.

6.3.4 Прибор для измерения pH.

6.3.5 Электрод стеклянный.

6.3.6 Нагреватель с магнитной мешалкой.

6.4 Методика определения

6.4.1 Подготовка испытуемой пробы

Метод подготовки изложен в ISO 356.

6.4.2 Испытуемая порция пробы

Взвешивают в колбе (см. 6.3.3) от 2 до 2,5 г эфирного масла с точностью до третьего десятичного знака. Необходимо обратиться к примечанию в 5.4.2.

6.4.3 Определение

Добавляют к испытуемой порции пробы для испытания (см. 6.4.2) 25 $см^3$ раствора хлорида гидроксиламмония (см. 5.2.5). Погружают в раствор стеклянный электрод (см. 6.3.5). Титруют раствором гидроксида калия (см. 5.2.1) до тех пор, пока показатель pH станет не более 4,2. Соединяют колбу с трубкой обратного холодильника. Ставят колбу с обратным холодильником на нагреватель (см. 6.3.6) и нагревают, перемешивая, до температуры, достаточной для поддержания постоянного обратного потока.

Через 10 мин охлаждают, добавляют три капли бромфенолового синего (см. 5.2.4) и медленно титруют раствором гидроксида калия (см. 5.2.1) до тех пор, пока показатель pH станет не более 4,22. Важно, чтобы во время определения показатель pH не превысил 4,22. Прекращают титрование, когда окраска начнет меняться. Ставят колбу с обратным холодильником обратно на нагреватель.

Каждые 10 мин повторяют данную операцию и выполняют ее столько раз, сколько это будет необходимо для того, чтобы добавление дополнительной капли раствора было достаточным для достижения точки эквивалентности.

Примечание — Обычно время определения составляет 2 ч, однако для некоторых веществ этого времени недостаточно и в таких случаях определение продолжают до достижения точки изгиба графика.

6.4.4 Обработка результатов

Чертят график изменения pH как функции объема V раствора гидроксида калия (см. 5.2.1), примененного при титровании:

$$pH = f(V).$$

Отмечают точку эквивалентности.

Рассчитывают содержание карбонильных соединений с помощью формулы, приведенной в 5.4.4.1.

Рассчитывают карбонильное число с помощью формулы, приведенной в 5.4.4.2.

7 Протокол испытаний

Протокол испытания должен содержать описание примененного метода и полученные результаты. Он также должен включать описание любых особенностей работы, не предусмотренных в настоящем стандарте или считающихся необязательными, а также описание любых воздействий, которые могли повлиять на результаты испытания.

Протокол испытания должен содержать все данные, необходимые 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 212:1973	—	*, 1)
ISO 356:1996	IDT	ГОСТ ISO 356—2014 «Масла эфирные. Подготовка проб для испытаний»
ISO 1271:1983	IDT	ГОСТ ISO 1271—2014 «Масла эфирные. Определение карбонильного числа. Метод со свободными гидроксиламинами»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

1) Действует ГОСТ ISO 212—2014 «Масла эфирные. Отбор проб», идентичный ISO 212:2007.

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.60 IDT

Ключевые слова: эфирные масла, карбонильное число, потенциометрический метод, хлорид гидроксиламмония

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 03.04.2019. Подписано в печать 29.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении 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