МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА ЭФИРНЫЕ И ПРОДУКТЫ ЭФИРОМАСЛИЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭФИРНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

БЗ 4—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Институтом эфиромасличных и лекарственных растений

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1994 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

3 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ИСО 709-80 "Масла эфирные. Определение эфирного числа", кроме разделов 2 и 10

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 29 февраля 1996 г. № 142 Межгосударственный стандарт ГОСТ 30144—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 14618.7—78 в части эфирных масел

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА ЭФИРНЫЕ И ПРОДУКТЫ ЭФИРОМАСЛИЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения эфирного числа

Essential oils and products of essential oil production. Method for determination of ester value

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на продукцию эфиромасличного производства (независимо от способа получения) и устанавливает метод определения эфирного числа эфирных масел, конкретов, восков, биологически активных веществ (БАВ), туалетных вод и т.п.

Стандарт не распространяется на продукты, содержащие лактоны и альдегиды.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

Издание официальное

ГОСТ 5541—76 Средства укупорочные корковые. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия

ГОСТ 8682—93 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Конусы взаимозаменяемые. Основные размеры, технические требования, методы испытаний и маркировка

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 30145—94 Масла эфирные и продукты эфиромасличного производства. Правила приемки, отбор проб и методы органолептических испытаний

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Эфирное число (э.ч.) — количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации кислот, полученных гидролизом эфиров, содержащихся в 1 г анализируемого продукта.

Число омыления (ч.о.) — количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных и связанных кислот, содержащихся в 1 г анализируемого продукта.

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в гидролизе сложных эфиров спиртовым раствором гидроксида калия при нагревании с последующим титрованием избытка щелочи.

5 СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по нормативной документации.

Набор гирь Г-2-210 по ГОСТ 7328.

Секундомер любого типа.

Колба Кн-1-100(250)-29/32 ТХС или колба П-1-100(250)-29/32 ТХС по нормативной документации.

Бюретка 1-2-50(25)-01 по нормативной документации

Цилиндр 1(3)-10(25) по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

Холодильник воздушный, трубка с конусом КШ-29/32 диаметром от 10 до 15 мм, длиной от 100 до 110 см по ГОСТ 8682.

Холодильник ХШ-1(3)-300-14/23 ХС по нормативной документации.

Соединительный элемент-переход П 1-1(2)-29/32-14/23 ТС по действующей нормативной документации.

Корковая пробка по ГОСТ 5541.

Термометр лабораторный с наибольшим пределом измерений 100°С, ценой деления 1°С по ГОСТ 28498.

Баня водяная.

Фиксанал серной кислоты по нормативной документации.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)=0{,}5$ моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)=0{,}1$ моль/дм^3.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, спиртовой раствор концентрации $c(KOH)=0{,}5$ моль/дм^3.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, спиртовой раствор концентрации $c(KOH)=0{,}1$ моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или ГОСТ 18300.

Фенолфталеин (индикатор) по нормативной документации, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1,0 %.

Гексан, ч., по нормативной документации.

Петролейный эфир или гексановый растворитель согласно нормативной документации.

Вода дистиллированная pH 5—7.

Допускается применение других средств измерений с аналогичными или более высокими техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных. Все средства измерений должны иметь свидетельство о поверке.

6 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ КОНТРОЛЯ

При проведении контроля соблюдают следующие условия: температура окружающей среды, реактивов и анализируемого продукта должна быть (20 ±5)°С, напряжение в сети — 127/220 В.

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Все работы с кислотами, щелочами, легковоспламеняющимися жидкостями, стеклом и электронагревательными приборами необходимо проводить в соответствии с основными правилами безопасной работы в химических лабораториях (приложение А).

8 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К работе допускаются лица, имеющие образование не ниже среднего, прошедшие специальную подготовку для работы в химической лаборатории, а также инструктаж по технике безопасности.

9 ПОРЯДОК ПОДГОТОВКИ К ПРОВЕДЕНИЮ КОНТРОЛЯ

9.1 Растворы серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4)$ = =0,1 моль/дм^3 и $c(1/2\ H_2SO_4)$ = 0,5 моль/дм^3 готовят из фиксанала или концентрированной серной кислоты по ГОСТ 25794.1.

9.2 Спиртовой раствор гидроксида калия концентрации $c(KOH)$= = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.3, раздел 2.

9.3 Спиртовой раствор гидроксида калия концентрации $c(KOH)$= 0,1 моль/дм^3 готовят из титрованного спиртового раствора гидроксида калия концентрации $c(KOH)$ = 0,5 моль/дм^3 разбавлением в пять раз, то есть 1:4. Для этого к одному объему раствора $c(KOH)$ = 0,5 моль/дм^3 доливают четыре объема спирта. Раствор тщательно перемешивают, хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

9.4 Коэффициент поправки (K) спиртовых растворов гидроксида калия концентрации $c(KOH)$ = 0,1 моль/дм^3 и $c(KOH)$ = =0,5 моль/дм^3 определяют по раствору серной кислоты соответствующей концентрации.

Бюреткой с ценой деления 0,1 см^3 отмеривают в колбы для титрования 5, 10, 15 см^3 раствора серной кислоты нужной концентрации, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки с той же ценой деления испытуемым спиртовым раствором гидроксида калия.

Коэффициент поправки (K) вычисляется по формуле

$$K = \frac{V_1 K_1}{V}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора серной кислоты, взятый на титрование, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора серной кислоты, который определяют по ГОСТ 25794.1, раздел 2 (в случае приготовления раствора из фиксанала $K_1 = 1$);

V — объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование, см^3;

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждому объему раствора серной кислоты. Из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое. Коэффициент поправки должен быть в пределах 1±0,03. Если значение коэффициента выходит из указанных пределов, то раствор гидроксида калия соответственно укрепляют или разбавляют. Коэффициент поправки устанавливают в день применения раствора.

9.5 Раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1, раздел 3.

9.6 Для растворения навески анализируемого продукта используют нейтрализованный спирт. Его получают добавлением двух-трех капель раствора гидроксида калия концентрации с(КОН) = = 0,1 моль/дм^3 к необходимому для работы объему спирта в присутствии фенолфталеина до получения розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Нейтрализацию проводят непосредственно перед применением.

9.7 Отбор проб анализируемого продукта проводят по ГОСТ 30145.

10 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ КОНТРОЛЯ

10.1 Определение эфирного числа спирторастворимых продуктов (дистилляционные эфирные масла, туалетные воды, концентраты и т.п.).

В колбу с содержимым, после определения кислотного числа, согласно нормативной документации добавляют из бюретки 20 см^3 раствора гидроксида калия концентрации с(КОН) = 0,5 моль/дм^3. Подсоединяют колбу к воздушному холодильнику и помещают в кипящую водяную баню на один час, при этом следят, чтобы холодильник не нагревался выше 2/3 длины трубки. Через час колбу вынимают из бани, дают остыть, отсоединяют холодильник и добавляют к содержимому в колбе 3—4 капли раствора фенолфталеина.

Титруют избыток щелочи раствором серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3 до исчезновения розового окрашивания.

Холостой опыт проводят параллельно с определением в тех же условиях, с теми же реактивами, добавляя их в колбу с 10 см^3 нейтрализованного спирта, но без навески анализируемого продукта.

10.2 Определение эфирного числа труднорастворимых в спирте продуктов (конкреты, воски и т.п.).

В колбу с содержимым после определения кислотного числа добавляют из бюретки 20 см^3 раствора гидроксида калия концентрации $c(KOH) = 0{,}5$ моль/дм^3. Подсоединяют колбу к обратному холодильнику и помещают в кипящую водяную баню на один час. По истечении времени колбу вынимают из бани, дают остыть и отсоединяют холодильник. В колбу добавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и титруют избыток щелочи раствором серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3 до исчезновения розового окрашивания.

Холостой опыт проводят параллельно с определением в тех же условиях, с теми же реактивами, добавляя в колбу с 10 см^3 нейтрализованного спирта и 15 см^3 гексана, петролейного эфира или другого гексанового растворителя, но без навески исследуемого продукта.

Результат измерения объема раствора серной кислоты, пошедшего на титрование, записывают с точностью до второго десятичного знака.

Если анализируемый продукт содержит фенолы или соединения с фенольными группами, вместо фенолфталеина в качестве индикатора применяют феноловый красный. Это следует оговаривать в стандарте на анализируемый продукт.

11 ПРАВИЛА ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ КОНТРОЛЯ

11.1 Расчет

11.1.1 Эфирное число (э.ч.) в миллиграммах гидроксида калия на грамм вычисляют по формуле

$$\text{э. ч.} = \frac{28{,}05 \cdot (V_0 - V_1)}{m}, \qquad (2)$$

где V_0 — объем раствора серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3, израсходованный на титрование в холостом опыте, см^3;

V_1 — объем раствора серной кислоты концентрации $c(1/2\ H_2SO_4) = 0{,}5$ моль/дм^3, израсходованный на титрование в рабочем опыте, см^3;

m — масса навески продукта, взятая для определения эфирного числа, г;

28,05 — количество миллиграмм гидроксида калия в 1 $см^3$ 0,5 моль/$дм^3$ спиртового раствора, мг/$см^3$.

11.1.2 Массовую долю сложных эфиров (X) в процентах в расчете на преобладающий в масле сложный эфир вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_0 - V_1)\ M}{m\ \ 20}, \qquad (3)$$

где V_0 — объем раствора серной кислоты концентрации с(1/2 H_2SO_4)= = 0,5 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование в холостом опыте, $см^3$;

V_1 — объем раствора серной кислоты концентрации с(1/2 H_2SO_4)= = 0,5 моль/$дм^3$, израсходованный на титрование в рабочем опыте, $см^3$;

M — молекулярная масса сложного эфира, г;

m — масса навески продукта, взятая для определения эфирного числа, г.

11.1.3 Число омыления (ч.о.) в миллиграммах гидроксида калия на грамм вычисляют по формуле

$$\text{ч.о.} = \text{к.ч.} + \text{эл.ч.}, \qquad (4)$$

где к.ч. — кислотное число, мг KOH/г;

э.ч. — эфирное число, мг KOH/г.

Расчет проводят с точностью до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака. За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

11.2 Точность определения

11.2.1 Допустимая абсолютная суммарная погрешность результата анализа в зависимости от величины эфирного числа (массовой доли) при доверительной вероятности $P = 0,95$ указана в таблице 1.

11.2.2 Два результата определений, полученные одним лаборантом, признаются достоверными при доверительной вероятности $P = 0,95$, если расхождение между ними (сходимость измерений) не превышает значений, указанных в таблице 1.

11.2.3 Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными при доверительной вероятности $P = 0,95$, если расхождение между ними (воспроизводимость измерений) не превышает значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование и значение показателя	Суммарная абсолютная погрешность	Сходимость измерений	Воспроизводимость измерений
Эфирное число, мг КОН/г			
До 20,00 включ.	2,20	1,50	3,50
Св. 20,00 » 40,00 »	2,50	3,50	6,20
» 40,00 » 70,00 »	3,00	4,00	7,50
» 70,00	3,60	5,00	10,00
Массовая доля эфиров, %			
До 10,00 включ.	1,00	0,50	1,40
Св. 10,00 » 50,00 »	1,50	1,00	3,00
» 50,00	2,00	1,50	3,80

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Техника безопасности в химических лабораториях//Л.Н. Захаров. — Л.: Изд-во «Химия», 1991. — 336 с.

УДК [(665.52 + 665.58) : 543.851] : 006. 354 ОКС 71.100.60 Н69
ОКСТУ 9151

Ключевые слова: эфирные масла, продукты производства, эфирное число

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95.Сдано в набор 19.04.96. Подписано в печать 24.08.96.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,53. Тираж 381 экз. С 3542. Зак. 295.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва,
Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru