МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА ЭФИРНЫЕ И ПРОДУКТЫ ЭФИРОМАСЛИЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО 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 Белоруссия	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 1242—73 "Масла эфирные. Методы определения кислотного числа", за исключением разделов 2, 7 и 10

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 29 февраля 1996 г. № 143 межгосударственный стандарт ГОСТ 30143—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 кислотного числа

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

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на продукцию эфиромасличного производства (независимо от способа получения) и устанавливает метод определения кислотного числа в эфирных маслах, конкретах, восках, биологически активных веществах (БАВ), туалетных водах и т.п.

Стандарт не распространяется на продукты, содержащие лактоны.

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

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

Издание официальное

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 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Кислотное число (к.ч.) — количество гидроксида калия в миллиграммах, требуемое для нейтрализации свободных кислот, содержащихся в 1 г анализируемого продукта.

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в нейтрализации свободных кислот титрованным спиртовым раствором гидроксида калия

5 СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И РЕАКТИВЫ

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

Бюретка 1-2-50(25)-0,1 по действующей нормативной документации.

Бюретка 6(7)-2-5(10) по действующей нормативной документации.

Цилиндр 1(3)-10(25) по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)-100 по ГОСТ 1770.

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

Баня водяная.

Пробка корковая по ГОСТ 5541.

Фиксанал серной кислоты по действующей нормативной документации.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации с(1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации с(1/2 H_2SO_4) = 0,5 моль/дм^3.

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

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

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или ГОСТ 18300.

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

Гексан, ч, по действующей нормативной документации.

Петролейный эфир или гексановый растворитель согласно действующей нормативной документации.

Вода дистиллированная pH 5—7.

Универсальная индикаторная бумага pH 0—12.

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, растворов 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 с(1/2 H_2SO_4) = =0,1 моль/дм^3 и с(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 с(KOH)= = 0,5 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 26794.3, раздел 2.

9.3 Спиртовой раствор гидроксида калия концентрации с(KOH)= = 0,1 моль/дм^3 готовят из титрованного спиртового раствора гидроксида калия концентрации с(KOH) = 0,5 моль/дм^3 разбавлением в пять раз, то есть 1:4. Для этого к одному объему раствора с(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 (К) спиртовых растворов гидроксида калия концентрации с(KOH) = 0,1 моль/дм^3 и с(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 (К) вычисляют по формуле:

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

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

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

V — объем гидроокиси 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 поправки вычисляют 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 2—3 капель раствора гидроксида калия концентрации с(KOH) = 0,1 моль/дм^{3}к необходимому для работы объему спирта в присутствии фенолфталеина до

получения розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 секунд. Нейтрализацию проводят непосредственно перед применением.

9.7 Отбор проб анализируемого продукта проводят по ГОСТ 30145.

10 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ КОНТРОЛЯ

10.1 Определение кислотного числа спирторастворимых продуктов (дистилляционные и абсолютные эфирные масла, туалетные воды, БАВ и т.п.).

В колбе взвешивают (1,00 ± 0,01) г анализируемого продукта, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. К навеске добавляют цилиндром 10 $см^3$ нейтрализованного этилового спирта, перемешивают содержимое, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки с ценой деления 0,02 $см^3$ спиртовым раствором гидроксида калия концентрации с(КОН) = 0,1 $моль/дм^3$ до розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с.

В случае темной окраски раствора анализируемого продукта при титровании, кроме фенолфталеина, в колбу кладут полоску универсальной индикаторной бумаги. Титрование заканчивают, когда ее окраска станет соответствовать pH 8—9 эталонной шкалы.

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

В колбе взвешивают (1,00 ± 0,01) г анализируемого продукта, результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака. В колбу добавляют 10 $см^3$ нейтрализованного этилового спирта и 15 $см^3$ гексана, петролейного эфира или другого гексанового растворителя.

Колбу закрывают пробкой и помещают в водяную баню с температурой воды от 60 до 70°С. Растворение проводят при постоянном перемешивании содержимого.

В охлажденную до температуры окружающей среды смесь добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют из бюретки с ценой деления 0,02 $см^3$ раствором гидроксида калия концентрации с(КОН) = 0,1 $моль/дм^3$ до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 секунд. В случае затруднения в определении конца титрования по изменению окраски титруемого раствора можно использовать универсальную индикаторную бумагу, которую помещают в колбу в начале титрования. Титрование заканчивают, когда окраска индикаторной бумаги будет соответствовать pH 8—9 эталонной шкалы.

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

Колбу с содержимым сохраняют для определения содержания сложных эфиров, если это требуется по стандарту на анализируемый продукт.

Если на титрование при определении кислотного числа требуется свыше 10,0 см^3 раствора гидроксида калия концентрации с(КОН) = =0,1 моль/дм^3, то определение повторяют, осуществляя титрование раствором гидроксида калия концентрации с(КОН) = 0,5 моль/дм^3.

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

Кислотное число (к.ч.) в миллиграммах гидроксида калия на грамм вычисляют по формуле

$$\text{к. ч.} = \frac{5{,}61 \cdot V \cdot K}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора гидроксида калия концентрации с(КОН) = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки, учитывающий точную концентрацию раствора гидроксида калия;

m — масса навески анализируемого продукта, г;

5,61 — количество миллиграммов гидроксида калия в 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора, мг/см^3;

или по формуле

$$\text{к. ч.} = \frac{28{,}05 \cdot V \cdot K}{m}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора гидроксида калия, концентрации с (КОН) = =0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки, учитывающий точную концентрацию раствора гидроксида калия;

m — масса навески анализируемого продукта, г;

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

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 кислотного числа и вида продукции 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

В миллиграммах гидроксида калия на грамм

Кислотное число, вид продукции	Суммарная абсолютная погрешность	Сходимость измерений	Воспроизводимость измерений
Дистилляционные масла, туалетные воды и т.п			
До 1,00 включ.	0,05	0,10	0,25
Св. 1,00 » 2,00 »	0,10	0,15	0,30
» 2,00 »10,00 »	0,25	0,30	0,50
» 10,00	1,00	0,80	1,50
Абсолютные масла, БАВ и т.п.			
До 20,00 включ.	0,45	0,50	0,60
Св. 20,00	1,30	1,20	1,60
Конкреты, БАВ и т.п.			
До 20,00 включ.	0,50	0,70	0,80
Св. 20,00	1,30	1,60	2,00
Воски и т.п			
До 25,00 включ.	0,50	0,70	1,45

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

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

УДК [(665.52+665.58):543.852.1]:006.354 ОКС 71.100.60 Н69
ОКСТУ 9151

Ключевые слова: эфирные масла, продукты производства, свободные кислоты, методы определения

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95.Сдано в набор 19.04.96. Подписано в печать 13.08.96.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,59. Тираж 387 экз. С 3687. Зак. 279.
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