УДК 668.5 : 543.06 : 006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения кислот, ангидридов кислот и сложных эфиров

ГОСТ 14618.7—78

Essential oils, aromatics and their intermediates. Determination of acids, esters and ester value

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

Срок действия с 01.01.80
до 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на эфирные масла, душистые вещества и полупродукты их синтеза и устанавливает методы определения:

кислот и кислотного числа титрованием по индикатору;

кислот потенциометрическим титрованием;

смеси кислот и ангидридов кислот;

сложных эфиров, эфирного числа и числа омыления.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ И КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

2.1. Сущность метода

Метод основан на нейтрализации свободных кислот раствором щелочи.

Содержание кислот выражается кислотным числом, т. е. количеством миллиграммов гидроокиси калия, необходимого для нейтрализации 1 г анализируемого вещества, или в процентах.

2.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба П-1—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

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

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83, ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

0,5—1,0 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, растворяют в 10—15 см³ нейтрального этилового спирта, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

Кислотное число (X) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 28{,}05}{m}.$$

Массовую долю кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, г;

28,05 — количество гидроокиси калия в 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствора, мг.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

1% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества более 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества от 10 до 50%.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ КИСЛОТ

3.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба П-1—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5862—67 или ГОСТ 18300—87.

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

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей индикатора 0,1%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83, ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

2—3 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, растворяют в 10—15 см³ нейтрального этилового спирта, добавляют 2—3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Продукт считают нейтральным, если при титровании анализируемого вещества розовая окраска появляется после прибавления одной-двух капель 0,1 моль/дм³ раствора щелочи.

3.3. Обработка результатов

Кислотное число (X_2) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 5{,}61}{m},$$

Массовую долю кислоты (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot M}{m \cdot 100},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, г;

5,61 — количество гидроокиси калия в 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора, мг.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

0,2% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества до 10%;

0,5 мг — для продуктов с кислотным числом до 10 мг КОН.

Примечание. Для определения неорганических кислот в качестве индикатора следует применять метиловый оранжевый, для определения салициловой кислоты — метиловый красный.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

4.1. Сущность метода

Метод основан на потенциометрическом титровании свободных кислот раствором щелочи.

4.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Потенциометр лабораторный любого типа с набором электродов.

Бюретка 7—2—10 ГОСТ 20292—74.

Стакан Н-2—100 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—25 ГОСТ 1770—74.

Мешалка электромагнитная.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) или 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов по ГОСТ 8.135—74.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.3. Проведение анализа

Настройку и проверку pH-метра производят как описано в инструкции к прибору.

0,5—1,0 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в стаканчик и растворяют в 15 см³ нейтрального этилового спирта. В раствор опускают электроды и титруют раствором щелочи при постоянном перемешивании.

Раствор щелочи прибавляют к титруемому раствору вначале порциями по 1—2 см³, а затем, вблизи точки эквивалентности — порциями по 0,1 см³, после того как будет отмечен скачок потенциала, отмечают объем титрованного раствора щелочи, израсходованный на титрование, и делают еще 2—3 измерения тем же способом.

Массовую долю кислоты в процентах вычисляют по формулам, приведенным в пп. 2.4 и 3.3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УКСУСНОЙ И ПРОПИОНОВОЙ КИСЛОТ И АНГИДРИДОВ ЭТИХ КИСЛОТ В СМЕСИ

5.1. Сущность метода

Метод основан на определении общего содержания кислот после гидролиза ангидрида и на определении кислот после реакции ангидрида с анилином.

5.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Колба П-1—100—250—29/32 ТХС ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—10(25) ГОСТ 1770—74.

Анилин по ГОСТ 5819—78, раствор в толуоле с массовой долей анилина 10%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Пиридин по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный с температурой кипения 114—116°С.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или ГОСТ 9880—76.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Первое титрование*

Около 0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пробкой, добавляют 20 см³ воды, 2 см³ пиридина и 2—3 капли раствора фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и через 5 мин титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3.2. *Второе титрование*

Около 0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пробкой, прибавляют 15 см³ раствора анилина в толуоле, 10 см³ этилового спирта, 2—3 капли раствора фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором щелочи до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Обработка результатов

Общую массовую долю кислот после реакции гидролиза (A) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{V \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты в первом титровании, см³;

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, взятая для первого титрования, г.

Массовую долю кислоты после реакции ангидрида с анилином (B) в процентах вычисляют по формуле

$$B = \frac{V_1 \cdot M}{m_1 \cdot 20},$$

где V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты во втором титровании, см³;

m_1 — масса навески вещества, взятая для второго титрования, г.

Массовую долю кислоты (X_4) в анализируемой смеси в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = A - (A - B)2 = 2B - A.$$

Массовую долю ангидрида (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = (A - B)\frac{M_1}{M},$$

где M — молекулярная масса кислоты;

M_1 — молекулярная масса ангидрида.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать:

2% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества более 50%;

1,0% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества от 10 до 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ, ЭФИРНОГО ЧИСЛА И ЧИСЛА ОМЫЛЕНИЯ

6.1. Сущность метода

Метод основан на омылении сложных эфиров спиртовым раствором щелочи.

Массовая доля сложных эфиров выражается эфирным числом, т. е. количеством миллиграммов гидроокиси калия, необходимого для омыления 1 г анализируемого вещества, или в процентах.

6.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба П-1—100(250)—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник воздушный, трубка с конусом КШ-29/32 по ГОСТ 8682—79 диаметром 10—10 мм, длиной 100—110 см.

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—10(25) по ГОСТ 1770—74.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (KOH)=0,5 моль/дм³ (0,5 н.) и c (KOH)=0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH)=0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4)=0,5 моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83, ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6.3. Проведение анализа

0,5—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от предполагаемого содержания сложного эфира), взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, добавляют 10 см³ нейтрального этилового спирта, 1—2 капли раствора фенолфталеина, перемешивают и титруют 0,1 моль/дм³ раствором щелочи до появления розовой окраски, учитывая кислотность анализируемого сложного эфира. Затем приливают из бюретки 20 см³ 0,5 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, соединяют колбу с воздушным холодильником и кипятят на водяной бане в течение 1 ч. Затем колбу охлаждают, прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и титруют 0,5 моль/дм³ раствором серной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4. Обработка результатов

Эфирное число (X_6) вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1)28{,}05}{m},$$

Массовую долю сложных эфиров (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{(V - V_1)M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование щелочи в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование щелочи в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса сложного эфира;

m — масса навески вещества, г;

28,05 — количество гидроокиси калия в 1 см³ 0,5 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, мг.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ указаны в п. 5.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6.5. Число омыления показывает, сколько миллиграммов гидроокиси калия расходуется на нейтрализацию свободных и связанных кислот, содержащихся в 1 г испытуемого вещества.

Число омыления (X_8) в мг KOH на 1 г вещества вычисляют по формуле

$$X_8=X_2+X_6,$$

где X_2 — кислотное число;

X_6 — эфирное число.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

С. А. Войткевич, канд. хим. наук; **А. А. Зеленецкая**, канд. хим. наук; **Н. Н. Калинина**, канд. хим. наук; **С. И. Зотова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам от 29.11.78 № 3172

3. В стандарт введены международные стандарты ИСО 709—80, ИСО 1242—73

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.7—69

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.135—74	4.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 3.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 4204—77	6.2
ГОСТ 4328—77	5.2; 6.2
ГОСТ 5819—78	5.2
ГОСТ 5962—67	2.2; 3.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 8682—79	6.2
ГОСТ 9880—76	5.2
ГОСТ 13647—78	5.2
ГОСТ 18300—87	2.2; 3.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 20292—74	2.2; 3.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 24104—88	2.2; 3.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 24363—80	2.2; 3.1; 4.2; 6.2
ГОСТ 25336—82	2.2; 3.1; 4.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 25794.1—83	2.2.1; 3.1.1; 6.2.1
ГОСТ 25794.3—83	2.2.1; 3.1.1; 4.2.1; 6.2.1

6. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1681

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 2—85, 9—89)

gost.e-ecolog.ru