УДК 668.5 : 543.06 : 006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения ненасыщенных соединений

ГОСТ 14618.4—78

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of unsaturated compounds

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 ненасыщенных соединений бромированием и роданированием.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

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

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕНАСЫЩЕННЫХ СОЕДИНЕНИЙ БРОМИРОВАНИЕМ (гераниол, цитронеллол, коричный спирт)

2.1. Сущность метода

Метод основан на присоединении двух атомов брома по двойной связи ненасыщенных соединений и дальнейшем определении избытка брома титрованием раствором тиосульфата натрия.

Массовая доля ненасыщенных соединений выражается бромным или йодным числом, т. е. количеством грамм брома (йода), присоединившегося к 100 г анализируемого вещества, или в процентах.

2.2. Аппаратура и реактивы

Шкаф сушильный лабораторный.

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

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Бутыль из темного стекла.

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

Пипетка автоматическая, вместимостью 20 см^3.

gost.e-ecolog.ru

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей калия йодистого 10%.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей крахмала 1%.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Натрий бромистый.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль дм³.

Пипетка 6(7)—1—5 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—10 и 1—1000 по ГОСТ 1770—74.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.1. *Приготовление раствора брома в метаноле, насыщенном бромистым натрием*

1 дм³ метанола насыщают при комнатной температуре бромистым натрием (около 140 г). Раствор хорошо встряхивают и оставляют стоять не менее 24 ч, периодически перемешивая. К профильтрованному или декантированному раствору приливают 3 см³ брома, перемешивают и оставляют на 3—4 ч, после чего реактив готов к применению. Раствор готовят в вытяжном шкафу.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

0,1—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания ненасыщенного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100—250 см³ с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 20 см³ раствора брома в метаноле, насыщенном бромистым натрием, и, закрыв пробкой, оставляют в темном месте на время от 1 до 24 ч в зависимости от строения анализируемого ненасыщенного соединения. Параллельно проводят контрольный опыт. Если раствор обесцветился, следует добавить в рабочую и контрольную пробы еще по 20 см³ раствора брома в метаноле.

По истечении времени, необходимого для бромирования, в колбу приливают 10 см³ раствора йодистого калия, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Бромное число (X) в граммах брома на 100 г анализируемого вещества вычисляют по формуле

$$X=\frac{(V-V_1)\cdot 0{,}8}{m}.$$

2.4.2. Массовую долю ненасыщенного соединения (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{(V-V_1)\cdot M}{m\cdot 200},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса ненасыщенного соединения;

0,8 — количество брома, соответствующее 1 см³ 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, г;

m — масса навески вещества, г.

При определении йодного числа вместо 0,8 следует брать 1,27.

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 ненасыщенных соединений более 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей ненасыщенных соединений от 10 до 50%;

0,3% — для продуктов с массовой долей ненасыщенных соединений менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕНАСЫЩЕННЫХ СОЕДИНЕНИЙ РОДАНИРОВАНИЕМ (изоэвгенол, диметилбутадиен, анетол, анисовое масло)

3.1. Сущность метода

Метод основан на присоединении родана по двойной связи ненасыщенных соединений и дальнейшем определении избытка родана.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

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

Шкаф сушильный лабораторный.

Бюретка 3—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Воронка Бюхнера 3 по ГОСТ 9147—80.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336—82.

Колба П-1—250—29(32) ТС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка автоматическая, вместимостью 20 см³.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей йодистого калия 10%.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная, или кислота, перегнанная с уксусным ангидридом, с температурой кипения 118—120°С.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей крахмала 1%.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³.

Свинец роданистый.

Для получения роданистого свинца:

свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67 или ГОСТ 18300—87;

эфир этиловый;

ангидрид фосфорный;

калий роданистый по ГОСТ 4139—75.

Цилиндр 1(3)—50 и 1—500 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—600 ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка ВФЗ-100 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 4(5)—1—1 по ГОСТ 20292—74.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919—83.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2.1. *Приготовление роданистого свинца*

100 г уксуснокислого свинца растворяют при подогревании в 150 см³ воды, подкисляют уксусной кислотой до прозрачности раствора. К этому раствору добавляют 63 г роданистого калия. Полученный осадок роданистого свинца переносят на воронку Бюхнера и тщательно промывают водой (два раза по 500 см³), затем 200 см³ 96%-ного этилового спирта и 100 см³ этилового эфира.

Осадок переносят в кристаллизатор или фарфоровую чашку и высушивают сначала на воздухе при 20°С, затем в сушильном шкафу в течение 15—20 мин при температуре не выше 60—65°С и переносят в эксикатор, где выдерживают в темноте над фосфорным ангидридом не менее суток.

3.2.2. *Приготовление раствора родана*

8 г сухого роданистого свинца взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, помещают в колбу вместимостью 250 см³ с пробкой. В колбу вливают 180 см³ ледяной уксусной кислоты и 20 см³ уксусного ангидрида, смесь хорошо перемешивают и оставляют в темном месте на 24 ч (при систематической работе следует заготовить большое количество таких смесей и хранить их в темноте до того времени, когда потребуется готовить раствор родана).

В колбу, содержащую роданистый свинец в смеси уксусной кислоты и уксусного ангидрида, добавляют пипеткой 0,7 см³ сухого брома, закрывают пробкой и встряхивают до тех пор, пока раствор не обесцветится (20—40 мин).

Осадку дают осесть и раствор фильтруют через двойной бумажный фильтр. Воронка и фильтр должны быть предварительно просушены в течение 20 мин при 110°С.

Раствор родана следует готовить отдельными порциями, по мере необходимости, так как он быстро портится.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

0,1—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания ненасыщенного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100—250 см³ с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 20 см³ раствора родана, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют в темном месте на время от 5 мин до 24 ч в зависимости от строения анализируемого ненасыщенного соединения. Затем приливают 10 см³ раствора йодистого калия, перемешивают и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Родановое число (X_2), выраженное через бромное число в граммах брома на 100 г анализируемого вещества, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}8}{m}.$$

3.4.2. Массовую долю ненасыщенного соединения (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 200},$$

где V — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса ненасыщенного соединения;

0,8 — количество брома, соответствующее 1 см³ 0,1 моль/дм³, раствора тиосульфата натрия, г;

m — масса навески вещества, г.

При определении йодного числа вместо 0,8 следует брать 1,27.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.78 № 3171

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.4—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	3.2
ГОСТ 1027—67	3.2
ГОСТ 1770—74	2.2
ГОСТ 4109—79	2.2; 3.2
ГОСТ 4139—75	3.2
ГОСТ 4232—74	2.2; 3.2
ГОСТ 5815—77	3.2
ГОСТ 5962—67	3.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.2
ГОСТ 6995—77	2.2
ГОСТ 9147—80	3.2
ГОСТ 10163—76	2.2; 3.2
ГОСТ 12026—76	3.2
ГОСТ 14618.0—78	1.1
ГОСТ 14919—83	3.2
ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 20292—74	2.2; 3.2
ГОСТ 24104—88	2.2; 3.2
ГОСТ 25336—82	2.2; 3.2
ГОСТ 25794.3—83	2.2.2
ГОСТ 27068—86	2.2; 3.2

5. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 г. Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1680

6. 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