УДК 668.5 : 543.06 : 006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения перекисей

ГОСТ 14618.3—78

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

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 гидроперекисей, диацилперекисей и диалкилперекисей.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 14618.0—78

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРО — И ДИАЦИЛПЕРЕКИСЕЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции окисления йодистоводородной кислоты кислородом, выделяющимся при разложении перекиси в кислой среде. Массовая доля перекисей выражается в процентах активного кислорода или в процентах, рассчитанных на молекулярную массу перекиси.

2.2. 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—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник воздушный, трубка с конусом КШ-29/32 по ГОСТ 8682—79 диаметром 10—15 мм, длиной 100—110 см.

Бюретка 1—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—10(50) по ГОСТ 1770—74.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, насыщенный раствор.

gost.e-ecolog.ru

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) или 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) (при массовой доле перекиси до 0,1%).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей крахмала 0,5%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

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).

2.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.2—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

0,2—2 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания перекиси) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 10 см³ ледяной уксусной кислоты и добавляют 2 г двууглекислого натрия. Как только прекращается выделение пузырьков углекислого газа, колбу закрывают пробкой, помещают в темное место на 10—15 мин и затем наливают 2 см³ насыщенного раствора йодистого калия. При определении гидроперекисей колбу помещают в темное место на 15—60 мин (в зависимости от строения перекиси), а при определении диацилперекисей нагревают с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 1 ч., при этом определяются и гидроперекиси. Затем содержимое колбы разбавляют 50 см³ воды и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия, применяя в качестве индикатора раствор крахмала. Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю перекиси (X) в процентах вычисляют по формулам при титровании 0,1 моль/дм³ раствором

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 200};$$

при титровании 0,01 моль/дм³ раствором

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 2000},$$

где V — объем точно 0,1 или 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,1 или 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контрольном опыте, см³;

M — молекулярная масса перекиси;

m — масса навески вещества, г.

2.4.2. Массовую долю перекиси (X_1) в процентах активного кислорода вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 16}{m \cdot 200},$$

где 16 — атомная масса кислорода.

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 перекисей более 50%;

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

0,2% — для продуктов с массовой долей перекисей менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИАЛКИЛПЕРЕКИСЕЙ (качественная реакция)

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного соединения перекисей с сульфатом или хлоридом N_1N-диметил-*п*-фенилендиамина.

3.2. Аппаратура и реактивы

Пробирка П4—15(20)—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 6(7)—2—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

N_1N-диметил-*п*-фенилендиаминсульфат или хлорид, ч., раствор в метаноле с массовой долей продукта 0,3%.

(0,3 г сульфата N_1N-диметил-*п*-фенилендиамина растворяют в 10 см³ дистиллированной воды и приливают 90 см³ метанола).

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение анализа

К 2—5 см³ раствора анализируемого продукта, взятого в пробирку, приливают 5 см³ раствора хлорида или сульфата N_1N-диметил-*п*-фенилендиамина. Смесь встряхивают и выдерживают 5 мин при рассеянном свете и температуре 18—20°С. Затем срав-

нивают окраску реакционной массы с окраской такого же количества сернокислого N_1N-диметил-*n*-фенилендиамина в водном метаноле. Если окраска реакционной массы имеет красный оттенок, значит анализируемый продукт содержит диалкилперекиси.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИАЛКИЛПЕРЕКИСЕЙ

4.1. Сущность метода

Метод основан на определении воды, выделяющейся при взаимодействии перекисей с анилином.

4.2. 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—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Бюретка 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пипетки автоматические вместимостью 10—15 см³.

Реактивы Фишера или Ван-дер-Мюллена (приготовление реактива по ГОСТ 14618.6—78).

Анилин по ГОСТ 5819—78, раствор в бензоле с массовой долей анилина 15%.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

Бензол по ГОСТ 5955—75.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Проведение анализа

0,1—2,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания перекиси) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают автоматической пипеткой 15 см³ раствора анилина в бензоле. Колбу закрывают пробкой и оставляют при комнатной температуре на 15 мин. Затем приливают автоматической пипеткой 10 см³ метанола. Титруют выделившуюся при реакции воду реактивом Фишера или Ван-дер-Мюллена. Титрование проводят визуально или электрометрически (ГОСТ 14618.6—78). Параллельно проводят контрольный опыт. В отдельной навеске определяют содержание воды в анализируемом продукте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю перекиси (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2=\left[\frac{(V-V_1)\cdot T\cdot 100}{m}-W\right]\cdot\frac{M}{18},$$

где V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в рабочем опыте, см³;

V_1 — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование воды в контрольном опыте, см^3;

T — титр реактива Фишера;

M — молекулярная масса перекиси;

m — масса навески вещества, г;

18 — молекулярная масса воды;

W — массовая доля воды в продукте, %.

4.4.2. Массовую долю перекиси (X_3) в процентах активного кислорода вычисляют по формуле

$$X_3=\left[\frac{(V-V_1)\cdot T\cdot 100}{m}-W\right]\cdot\frac{16}{18},$$

где 16 — атомная масса кислорода.

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 перекисей более 50%;

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

0,2% — для продуктов с массовой долей перекисей менее 10%.

(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; **С. И. Зотова**; **А. Б. Скворцова**, канд. хим. наук

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

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.3—69

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 3.2
ГОСТ 4201—79	2.2
ГОСТ 4232—74	2.2
ГОСТ 4919.1—77	2.2
ГОСТ 5819—78	4.2
ГОСТ 5955—75	4.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 3.2
ГОСТ 6995—77	3.2; 4.2
ГОСТ 8682—79	2.2
ГОСТ 10163—76	2.2
ГОСТ 14618.6—78	4.2
ГОСТ 20292—74	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 24104—88	2.2; 4.2
ГОСТ 25336—82	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 25794.2—83	2.2.1
ГОСТ 27068—86	2.2

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