УДК 668.5 : 543.06 : 006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения температурных пределов перегонки, температуры плавления и застывания

ГОСТ 14618.12—78

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of distillation, melting and congelation temperature limits

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:

температурных пределов перегонки;

температуры плавления в капилляре;

температуры плавления на шарике термометра с использованием нагревательного блока;

температуры застывания.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

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

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПРЕДЕЛОВ ПЕРЕГОНКИ

2.1. Аппаратура

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

Колба КП-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Термометр по ГОСТ 28498—90, укороченный с ценой деления 1 или 0,5°С.

Холодильник ХПТ-1—300(400)—14/23 ХС по ГОСТ 25336—82 с загнутым концом или алонжем.

Алонж АИ-14/23—60 ТС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник с воздушным охлаждением, длиной 600—800 мм, диаметром 20 мм (в случае перегонки жидкости с температурой кипения выше 120°С).

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

Барометр.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Секундомер по нормативно-технической документации предприятия.

Колбонагреватель с электрообогревом любого типа.

Допускается применение аппаратуры, технические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Проведение анализа

В сухую колбу для перегонки при помощи цилиндра наливают 100 см³ анализируемой жидкости так, чтобы жидкость не попала в отводную трубку. В колбу помещают несколько запаянных с одной стороны капилляров или кусочков неглазурованного фарфора. В горловину колбы вставляют термометр так, чтобы ось его совпадала с осью колбы, а верх ртутного резервуара термометра находился на одном уровне с нижней стенкой отводной трубки в месте ее спая. Отводную трубку колбы соединяют с внутренней трубкой холодильника. Положение колбы регулируют таким образом, чтобы отводная трубка входила в холодильник на половину своей длины. В качестве приемника для отгоняемой жидкости используют тот же цилиндр, поставив его так, чтобы загнутый конец холодильника или алонжа касался его стенок. Перед началом перегонки отмечают барометрическое давление. Первая капля дистиллята должна упасть с конца холодильника не ранее, чем через 10 мин и не позднее, чем через 15 мин с начала нагрева. Перегонку ведут со скоростью 3—4 см³/мин.

За температуру начала перегонки считают температуру, при которой пятая капля дистиллята падает в цилиндр-приемник.

За температуру конца перегонки считают температуру, при которой в приемник отгоняется объем жидкости, указанный в нормативно-технической документации на соответствующее вещество.

Наблюдаемые температуры приводят к нормальному давлению.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5°С.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Температуру при нормальном давлении 760 мм рт. ст. (t) в градусах вычисляют по формуле

$$t = t_{\text{н}} \pm \Delta t_1 + \Delta t_2 \pm \Delta t_3,$$

где $t_{\text{н}}$ — наблюдаемая температура анализа, °С;

Δt_1 — поправка на барометрическое давление, вычисляемое по п. 2.3.2;

Δt_2 — поправка на выступающий над пробкой столбик ртути термометра, вычисляемая по п. 2.3.3;

Δt_3 — поправка к термометру по паспорту, °С.

2.3.2. Наблюдаемое давление приводят к 0°С, вычитая из показаний барометра:

2 мм рт. ст. при температуре окружающей среды 13—20°С;
3 мм рт. ст. при температуре окружающей среды 21—28°С;
4 мм рт. ст. при температуре окружающей среды 29—35°С.

В зависимости от температурных пределов перегонки к наблюдаемому давлению далее по таблице вносят поправку в градусах на каждый миллиметр ртутного столба разности между нормальным и наблюдаемым давлением, приведенным к 0°С.

Температурные пределы, °С	Поправка, °С на мм рт. ст.
10—30	0,035
30—50	0,038
50—70	0,040
70—90	0,042
90—110	0,045
110—130	0,047
130—150	0,050
150—170	0,052
170—190	0,054
190—210	0,057
210—230	0,059
230—250	0,062
250—270	0,064
270—290	0,066
290—310	0,069
310—330	0,071
330—350	0,074
351—460	0,075

Δt_1 в градусах вычисляют умножением найденной поправки на разность между наблюдаемым и нормальным давлением.

При давлении ниже 760 мм рт. ст. поправку прибавляют, в противном случае — вычитают.

2.3.3. Поправку на выступающий над пробкой столбик ртути термометра (Δt_2) вычисляют по формуле

$$\Delta t_2 = 0{,}00016h(t_1 - t_2),$$

где 0,00016 — коэффициент расширения ртути в стекле;
h — высота столбика ртути, выступающего над пробкой, выраженная в градусах шкалы термометра;
t_1 — наблюдаемая температура анализа, °С;
t_2 — температура окружающего воздуха вблизи середины столбика ртути, выступающего над пробкой, измеряемая вторым термометром, °С.

Найденную поправку прибавляют к температуре, вычисленной для нормального давления.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ В КАПИЛЛЯРЕ

3.1. Аппаратура и материалы

Прибор для определения температуры плавления (черт. 1).

Термометр по ГОСТ 28498—90.

Капилляры.

Горелка газовая по ГОСТ 21204—83 или спиртовка лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336—82 или электроплитка закрытого типа по ГОСТ 14919—83.

Трубка стеклянная высотой 0,8—1,0 м.

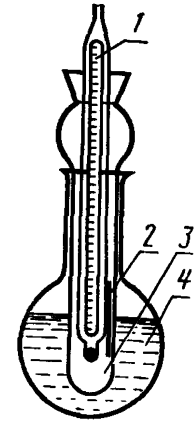
Экран защитный двухслойный из силикатного и органического стекла.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147—80.

Масло вазелиновое по ГОСТ 20799—88 или другой инертный теплоноситель.

Допускается применение аппаратуры, технические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).



1—термометр; *2*—капилляр; *3*—пробирка с шаровидным расширением вверху с внутренним диаметром около 25 мм; *4*—круглодонная колба вместимостью 200 мл, имеющая у верхнего края горла отверстие диаметром 2—3 см

Черт. 1

3.2. Подготовка к анализу

Пробирку помещают на $^1/_4$ в колбу, наполненную на $^2/_3$ объема вазелиновым маслом так, чтобы между дном колбы и дном пробирки было расстояние 1—2 см.

Пробирку закрывают корковой пробкой со вставленным в нее термометром, к которому при помощи резинового кольца прикреплены капилляры с анализируемым веществом так, чтобы ртутный резервуар термометра и капилляры находились в середине слоя жидкости, а резиновое кольцо находилось выше уровня жидкости.

Прибор помещают на асбестовую сетку, укрепляют на штативе и обогревают горелкой.

3.3. Проведение анализа

Небольшое количество анализируемого вещества тщательно растирают в агатовой или стеклянной ступке и помещают в запаянный с одного конца стеклянный капилляр (капилляр должен быть запаян так, чтобы на донышке его не было шарика из стекла) длиной 40—50 мм и внутренним диаметром 0,8—1,0 мм. При определении температуры плавления мазеобразных и низкоплавких кристаллических веществ анализируемое вещество заливается в капилляр в расплавленном состоянии, затем капилляр охлаждается до комнатной температуры. Слой вещества уплотняют 10—15-кратным бросанием капилляра запаянным концом вниз через

стеклянную трубку высотой 0,8—1,0 м, установленную вертикально на часовое стекло. После этого капилляр, содержащий слой уплотненного вещества высотой не менее 2 и не более 3 мм, прикрепляют при помощи тонкого резинового кольца к термометру так, чтобы слой анализируемого вещества находился на одном уровне с ртутным резервуаром термометра.

При определении температуры плавления трудноуплотняющихся веществ небольшие порции их уплотняют вторым капилляром меньшего диаметра, запаянным с одного конца.

Затем термометр с прикрепленным к нему капилляром помещают в пробирку прибора, как показано на черт. 1.

Пробирку помещают в колбу, которую нагревают так, чтобы в течение 10—15 мин жидкость в колбе нагрелась до температуры на 20—30°С ниже предполагаемой температуры плавления анализируемого вещества. В интервале следующих 10—15°С нагревание продолжают со скоростью 2°С в минуту, в интервале следующих 5°С — со скоростью 1°С в минуту и в пределах последних 5°С — со скоростью 0,5°С в минуту.

Если вещество в процессе нагревания разлагается, то скорость нагревания увеличивают в пределах последних 10—15°С до 2—4°С в минуту. (Скорость нагревания для разлагающихся веществ должна быть указана в нормативно-технической документации на вещество). За процессом плавления наблюдают через защитный двухслойный экран из силикатного и органического стекла.

При переходе от твердого состояния к жидкому в капилляре с тонкоизмельченным веществом можно наблюдать три момента: в начале происходит усадка вещества, затем спекание и, наконец, плавление. При усадке вещество отстает от стенок капилляра, причем расплавление еще не наблюдается. При дальнейшем нагревании вещество спекается, причем на стекле часто появляются мельчайшие капельки жидкости. После этого наступает плавление, при котором в капилляре, наряду с жидкостью, находятся и твердые частички.

За начало плавления принимают первое появление жидкой фазы, образующей мениск, за конец плавления — момент полного расплавления вещества (исчезновение последних твердых частиц в расплавленной пробе). Обе температуры отмечают.

Интервал между температурами начала и конца плавления считают интервалом температуры плавления вещества. При необходимости отмечают только начало плавления.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2°С.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ НА ШАРИКЕ ТЕРМОМЕТРА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НАГРЕВАТЕЛЬНОГО БЛОКА

4.1. Аппаратура

Блок нагревательный, изображенный на черт. 2.

Автотрансформатор по ГОСТ 7518—83.

Термометр лабораторный по ГОСТ 28498—90.

Линза монокулярная по ГОСТ 23265—78 или увеличительное устройство микроскопа с 50—200^{x} увеличением.

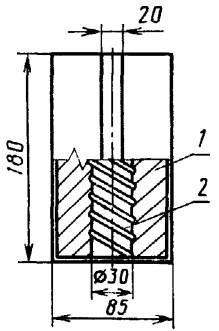
Секундомер по нормативно-технической документации предприятия.

Допускается применение аппаратуры, технические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Проведение анализа

На шарик термометра наносят небольшое количество растертых кристаллов анализируемого вещества. Термометр помещают в углубление на крышке нагревательного блока и включают электрический ток через автотрансформатор, регулируя подъем температуры так, чтобы при приближении к точке плавления температура повышалась на 1—2°С в 1 мин. Наблюдение за кристаллами ведут через микроскоп. Когда вещество расплавится, отмечают показания термометра.



1—изоляция; *2*—нихромовая спираль

Черт. 2

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2°С.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАСТЫВАНИЯ

5.1. Аппаратура и материалы

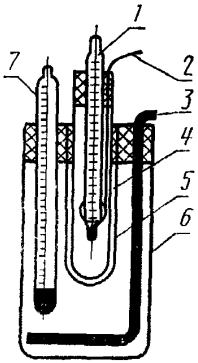
Термометр по ГОСТ 28498—90, укороченный или лабораторный по ТУ 25—2021.003—88 с ценой деления 0,5—1°С и пределом измерения не более чем 0—250°С.

Секундомер по нормативно-технической документации предприятия.

Смеси для охлаждающей бани: вода со снегом или толченым льдом — для температуры до 0°С.

Смесь из снега или толченого льда с поваренной солью (10 : 3) — для температуры до минус 10°С.

Прибор Жукова или прибор, изображенный на черт. 3.



1, 7—термометры; *2, 3*—мешалки; *4*—вторая пробирка; *5*—первая пробирка; *6*—химический стакан

Черт. 3

Прибор состоит из наружного толстостенного стеклянного сосуда (стакана) диаметром 120 мм и высотой 160 мм с металлической крышкой или корковой пробкой; через середину крышки или пробки проходит широкая пробирка диаметром 50 мм и высотой 150—180 мм, доходящая почти до дна наружного стеклянного сосуда, мешалка для перемешивания охлаждающей смеси и термометр. В эту пробирку на корковой пробке вставлена пробирка диаметром 30 мм и высотой 120—150 мм — пробирка для замораживания. Между первой широкой пробиркой и второй внутренней пробиркой образуется воздушная прослойка, из-за которой вещество медленно и равномерно охлаждается.

Допускается применение аппаратуры, технические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Проведение анализа

Во внутреннюю пробирку прибора помещают анализируемое вещество в таком количестве, чтобы высота его слоя была не менее 50 мм. В эту пробирку вставляют на пробке мешалку и термометр, чтобы ртутный шарик термометра не прикасался к стенкам и отстоял от дна пробирки на 10 мм.

Прибор предварительно нагревают в термостате до температуры на 10—15°С выше предполагаемой температуры застывания анализируемого вещества. При определении температуры застывания, превышающей комнатную температуру более чем на 10°С, прибор с расплавленным веществом оставляют на воздухе. При определении более низких температур застывания прибор погру-

жают в охлаждающую баню с температурой примерно на 10°С ниже температуры застывания анализируемого вещества. Прибор с расплавленным веществом оставляют в покое до тех пор, пока вещество не начнет застывать (вещество застывает без переохлаждения) или температура вещества не будет на 2—3°С ниже предполагаемой температуры застывания (вещество способно переохлаждаться). В последнем случае вещество начинают осторожно перемешивать термометром, не касаясь дна и стенок прибора. Если при этом кристаллизация не начинается, то добавляют «затравку». С момента прекращения понижения температуры или начала ее подъема перемешивание прекращают.

За температуру застывания веществ, способных переохлаждаться, принимают высшую точку подъема температуры.

За температуру застывания непереохлаждающихся веществ принимают температуру, сохраняющуюся в течение процесса его кристаллизации.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2°С.

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; **З. Э. Максимова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.78 № 3170

3. **В стандарт введен международный стандарт ИСО 1041—73**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14618.12—69**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 7518—83	4.1
ГОСТ 9147—80	3.1
ГОСТ 14919—83	3.1
ГОСТ 20799—88	3.1
ГОСТ 21204—83	3.1
ГОСТ 23265—78	4.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1
ГОСТ 28498—90	2.1; 3.1; 4.1; 5.1

6. **СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН** до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1683

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

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 14618.0—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Правила приемки, отбор проб и методы органолептических исследований 1

ГОСТ 14618.1—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения хлора 5

ГОСТ 14618.2—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения карбонильных соединений 15

ГОСТ 14618.3—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения перекисей 34

ГОСТ 14618.4—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения ненасыщенных соединений 40

ГОСТ 14618.5—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа . 47

ГОСТ 14618.6—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения воды 55

ГОСТ 14618.7—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения кислот, ангидридов кислот и сложных эфиров 65

ГОСТ 14618.8—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения спиртов и фенолов . 75

ГОСТ 14618.9—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Метод определения угла вращения и величины удельного вращения плоскости поляризации . 95

ГОСТ 14618.10—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения плотности и показателя преломления 99

ГОСТ 14618.11—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения растворимости, летучих веществ и примесей 105

ГОСТ 14618.12—78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения температурных пределов перегонки, температуры плавления и застывания 112

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *Л. В. Сницарчук*

Сдано в наб. 05.12.90 Подп. в печ. 19.02.91 7,5 усл. п. л. 7,75 усл. кр.-отт. 7,73 уч.-изд. л. Тир. 4000 Цена 3 р. 10 к.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 1891.