**ГОСТ 30144-94. Масла эфирные и продукты эфиромасличного производства. Метод определения эфирного числа**

ГОСТ 30144-94

Группа Н69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА ЭФИРНЫЕ И ПРОДУКТЫ ЭФИРОМАСЛИЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения эфирного числа

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

ОКС 71.100.60\*
ОКСТУ 9151
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* В указателе "Национальные стандарты" 2006 год ОКС 71.100.60, 67.220.20. -
Примечание "КОДЕКС".

Дата введения 1997-01-01

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 Беларусь | 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 709-80 "Масла эфирные. Определение эфирного числа", кроме разделов 2 и 10

4 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 29 февраля 1996 г. N 142 Межгосударственный стандарт ГОСТ 30144-94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

5 ВЗАМЕН [ГОСТ 14618.7-78](http://docs.cntd.ru/document/1200023018) в части эфирных масел

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на продукцию эфиромасличного производства (независимо от способа получения) и устанавливает метод определения эфирного числа эфирных масел, конкретов, восков, биологически активных веществ (БАВ), туалетных вод и т.п.

Стандарт не распространяется на продукты, содержащие лактоны и альдегиды.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

[ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия](http://docs.cntd.ru/document/1200003853)

[ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия](http://docs.cntd.ru/document/1200017346)

[ГОСТ 4919.1-77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов](http://docs.cntd.ru/document/1200017545)

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](http://docs.cntd.ru/document/1200005177)

[ГОСТ 8682-93 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Конусы взаимозаменяемые. Основные размеры, технические требования, методы испытаний и маркировка](http://docs.cntd.ru/document/1200024074)

[ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия](http://docs.cntd.ru/document/1200007222)

[ГОСТ 24363-80 Калия гидроокись. Технические условия](http://docs.cntd.ru/document/1200017451)

[ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования](http://docs.cntd.ru/document/1200017569)

[ГОСТ 25794.3-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов](http://docs.cntd.ru/document/1200017571)

[ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний](http://docs.cntd.ru/document/1200006121)

[ГОСТ 30145-94 Масла эфирные и продукты эфиромасличного производства. Правила приемки, отбор проб и методы органолептических испытаний](http://docs.cntd.ru/document/1200023033)

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Эфирное число (э.ч.) - количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации кислот, полученных гидролизом эфиров, содержащихся в 1 г анализируемого продукта.

Число омыления (ч.о.) - количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных и связанных кислот, содержащихся в 1 г анализируемого продукта.

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в гидролизе сложных эфиров спиртовым раствором гидроксида калия при нагревании с последующим титрованием избытка щелочи.

5 СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И РЕАКТИВЫ

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

Набор гирь Г-2-210 по [ГОСТ 7328](http://docs.cntd.ru/document/1200005177)\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует [ГОСТ 7328-2001](http://docs.cntd.ru/document/1200027324). - Примечание "КОДЕКС".

Секундомер любого типа.

Колба Кн-1-100(250)-29/32 ТХС или колба П-1-100(250)-29/32 ТХС по нормативной документации.

Бюретка 1-2-50(25)-01 по нормативной документации

Цилиндр 1(3)-10(25) по [ГОСТ 1770](http://docs.cntd.ru/document/1200003853).

Цилиндр 1(3)-100 по [ГОСТ 1770](http://docs.cntd.ru/document/1200003853).

Холодильник воздушный, трубка с конусом КШ-29/32 диаметром от 10 до 15 мм, длиной от 100 до 110 см по [ГОСТ 8682](http://docs.cntd.ru/document/1200024074).

Холодильник ХШ-1(3)-300-14/23 ХС по нормативной документации.

Соединительный элемент-переход П 1-1(2)-29/32-14/23 ТС по действующей нормативной документации.

Корковая пробка по ГОСТ 5541\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует [ГОСТ 5541-2002](http://docs.cntd.ru/document/1200030783). - Примечание "КОДЕКС".

Термометр лабораторный с наибольшим пределом измерений 100 °С, ценой деления 1 °С по [ГОСТ 28498](http://docs.cntd.ru/document/1200006121).

Баня водяная.

Фиксанал серной кислоты по нормативной документации.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](http://docs.cntd.ru/document/1200017346), раствор концентрации (1/2HSO)=0,5 моль/дм.

Кислота серная по [ГОСТ 4204](http://docs.cntd.ru/document/1200017346), раствор концентрации (1/2HSO)=0,1 моль/дм.

Калия гидроксид по [ГОСТ 24363](http://docs.cntd.ru/document/1200017451), спиртовой раствор концентрации (KОН)=0,5 моль/дм.

Калия гидроксид по [ГОСТ 24363](http://docs.cntd.ru/document/1200017451), спиртовой раствор концентрации (KОН)=0,1 моль/дм.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962\* или [ГОСТ 18300](http://docs.cntd.ru/document/1200007222).
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации действует [ГОСТ Р 51652-2000](http://docs.cntd.ru/document/1200006989). - Примечание "КОДЕКС".

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

Гексан, ч., по нормативной документации.

Петролейный эфир или гексановый растворитель согласно нормативной документации.

Вода дистиллированная рН 5-7.

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, реактивов 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).
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ПНД Ф 12.13.1-03](http://docs.cntd.ru/document/1200044235). - Примечание изготовителя базы данных.

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 (1/2HSO)=0,1 моль/дм и (1/2HSO)=0,5 моль/дм готовят из фиксанала или концентрированной серной кислоты по [ГОСТ 25794.](http://docs.cntd.ru/document/1200017569)

[1](http://docs.cntd.ru/document/1200017569).

9.2. Спиртовой раствор гидроксида калия концентрации (KОН)=0,5 моль/дм готовят по [ГОСТ 25794.3](http://docs.cntd.ru/document/1200017571), раздел 2.

9.3. Спиртовой раствор гидроксида калия концентрации (KОН)=0,1 моль/дм готовят из титрованного спиртового раствора гидроксида калия концентрации (KОН)=0,5 моль/дмразбавлением в пять раз, то есть 1:4. Для этого к одному объему раствора (KОН)=0,5 моль/дм доливают четыре объема спирта. Раствор тщательно перемешивают, хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла.

9.4 Коэффициент поправки () спиртовых растворов гидроксида калия концентрации (KОН)=0,1 моль/дм и (KОН)=0,5 моль/дм определяют по раствору серной кислоты соответствующей концентрации.

Бюреткой с ценой деления 0,1 см отмеривают в колбы для титрования 5, 10, 15 смраствора 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 () вычисляется по формуле

, (1)

где  - объем раствора серной кислоты, взятый на титрование, см;

 - коэффициент поправки раствора серной кислоты, который определяют по [ГОСТ 25794.1](http://docs.cntd.ru/document/1200017569), раздел 2 (в случае приготовления раствора из фиксанала 1);

 - объем раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование, см;

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждому объему раствора серной кислоты. Из вычисленных значений коэффициентов берут 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](http://docs.cntd.ru/document/1200017545), раздел 3.

9.6 Для растворения навески анализируемого продукта используют нейтрализованный спирт. Его получают добавлением двух-трех капель раствора гидроксида калия концентрации (KОН)=0,1 моль/дм к необходимому для работы объему спирта в присутствии фенолфталеина до получения розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Нейтрализацию проводят непосредственно перед применением.

9.7 Отбор проб анализируемого продукта проводят по [ГОСТ 30145](http://docs.cntd.ru/document/1200023033).

10 ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ КОНТРОЛЯ

10.1 Определение эфирного числа спирторастворимых продуктов (дистилляционные эфирные масла, туалетные воды, концентраты и т.п.).

В колбу с содержимым, после определения кислотного числа, согласно нормативной документации добавляют из бюретки 20 см раствора гидроксида калия концентрации (КОН)=0,5 моль/дм. Подсоединяют колбу к воздушному холодильнику и помещают в кипящую водяную баню на один час, при этом следят, чтобы холодильник не нагревался выше 2/3 длины трубки. Через час колбу вынимают из бани, дают остыть, отсоединяют холодильник и добавляют к содержимому в колбе 3-4 капли раствора фенолфталеина. Титруют избыток щелочи раствором серной кислоты концентрации (1/2HSO)=0,5 моль/дм до исчезновения розового окрашивания.

Холостой опыт проводят параллельно с определением в тех же условиях, с теми же реактивами, добавляя их в колбу с 10 см нейтрализованного спирта, но без навески анализируемого продукт

а.

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

В колбу с содержимым после определения кислотного числа добавляют из бюретки 20 смраствора гидроксида калия концентрации (KОН)=0,5 моль/дм. Подсоединяют колбу к обратному холодильнику и помещают в кипящую водяную баню на один час. По истечении времени колбу вынимают из бани, дают остыть и отсоединяют холодильник. В колбу добавляют 3-4 капли раствора фенолфталеина и титруют избыток щелочи раствором серной кислоты концентрации (1/2HSO)=0,5 моль/дм до исчезновения розового окрашивания.

Холостой опыт проводят параллельно с определением в тех же условиях, с теми же реактивами, добавляя в колбу с 10 см нейтрализованного спирта и 15 см гексана, петролейного эфира или другого гексанового растворителя, но без навески исследуемого продукта.

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

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

11.1.1 Эфирное число (э.ч.) в миллиграммах гидроксида калия на грамм вычисляют по формуле

, (2)

где  - объем раствора серной кислоты концентрации (1/2 HSO)=0,5 моль/дм, израсходованный на титрование в холостом опыте, см;

 - объем раствора серной кислоты концентрации (1/2 HSO)=0,5 моль/дм, израсходованный на титрование в рабочем опыте, см;

 - масса навески продукта, взятая для определения эфирного числа, г;

28,05 - количество миллиграмм гидроксида калия в 1 см0,5 моль/дм спиртового раствор

а, мг/см.

11.1.2 Массовую долю сложных эфиров () в процентах в расчете на преобладающий в масле сложный эфир вычисляют по формуле

, (3)

где  - объем раствора серной кислоты концентрации (1/2 HSO)=0,5 моль/дм, израсходованный на титрование в холостом опыте, см;

 - объем раствора серной кислоты концентрации (1/2 HSO)=0,5 моль/дм, израсходованный на титрование в рабочем опыте, см;

 - молекулярная масса сложного эфира, г;

 - масса навески продукта, взятая для определения эфирного ч

исла, г.

11.1.3 Число омыления (ч.о.) в миллиграммах гидроксида калия на грамм вычисляют по формуле

\*, (4)

где  - кислотное число, мг KОН/г;

\* - эфирное число, мг KОН/г.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Формула и экспликация к ней соответствуют оригиналу. - Примечание "КОДЕКС".

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 эфирного числа (массовой доли) при доверительной вероятности 0,95 указана в таблице 1.

11.2.2. Два результата определений, полученные одним лаборантом, признаются достоверными при доверительной вероятности 0,95, если расхождение между ними (сходимость измерений) не превышает значений, указанных в таблице 1.

Таблица 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
| Наименование и значение показателя | Суммарная абсолютная погрешность | Сходимость измерений | Воспроизводимость измерений |
| Эфирное число, мг KОН/г |  |  |  |
| До 20,00 включ. | 2,20 | 1,50 | 3,50 |
| Св. 20,00 " 40,00 " | 2,50 | 3,50 | 6,20 |
| " 40,00 " 70,00 " | 3,00 | 4,00 | 7,50 |
| " 70,00 | 3,60 | 5,00 | 10,00 |
| Массовая доля эфиров, % |  |  |  |
| До 10,00 включ. | 1,00 | 0,50 | 1,40 |
| Св. 10,00 " 50,00 " | 1,50 | 1,00 | 3,00 |
| " 50,00 | 2,00 | 1,50 | 3,80 |

11.2.3. Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными при доверительной вероятности 0,95, если расхождение между ними (воспроизводимость измерений) не превышает значений, указанных в таблице 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ А (справочное)

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

Текст документа сверен по:
официальное издание
М.: ИПК Издательство стандартов, 1996