

**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 полу продукты 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 гидрооксида 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. Бюretка 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.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации  $c$  (КОН) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н.).

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

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

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реагентов, 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 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$M$  — молекулярная масса кислоты;

$m$  — масса навески вещества, г;

28,05 — количество гидроокиси калия в 1 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> 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.

Бюretteка 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/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Спирт этиловый ректифицированный 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 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$M$  — молекулярная масса кислоты;

$m$  — масса навески вещества, г;

5,61 — количество гидроокиси калия в 1 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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.

П р и м е ч а н и е. 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.

Бюrette 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/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) или 0,5 моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н.).

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

Спирт этиловый ректифицированный 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, а затем, вблизи точки эквивалентности — порциями по 0,1 см<sup>3</sup>, 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.

Бюretteka 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/дм<sup>3</sup> (0,5 н.).

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

Спирт этиловый ректифицированный 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 реагентов, 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 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора анилина в толуоле, 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты в первом титровании, см<sup>3</sup>;

$M$  — 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/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты во втором титровании, см<sup>3</sup>;

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

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

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

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. Апаратура 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.

Бюretka 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  $c$  (КОН) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н.) и  $c$  (КОН) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации  $c$  (NaOH) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup> (0,5 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации  $c$  ( $\frac{1}{2}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный 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 реагентов, 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 см<sup>3</sup> нейтрального этилового спирта, 1—2 капли раствора фенолфталеина, перемешивают и титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором щелочи до появления розовой окраски, учитывая кислотность анализируемого сложного эфира. Затем приливают из burette 20 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты, израсходованный на титрование щелочи в контролльном опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты, израсходованный на титрование щелочи в рабочем опыте, см<sup>3</sup>;

$M$  — молекулярная масса сложного эфира;

$m$  — масса навески вещества, г;

28,05 — количество гидроокиси калия в 1 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> 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 ( $X_s$ ) в мг КОН на 1 г вещества вычисляют по формуле

$$X_s = X_2 + X_e,$$

где  $X_2$  — кислотное число;

$X_e$  — 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 данна 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)**