

**МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ
И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА**

Методы определения карбонильных соединений

Essential oils, aromatics and their intermediates.
Methods for determination of carbonyl compounds
(aldehydes and ketones)

ГОСТ

14618.2—78

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:

- альдегидов и кетонов оксимированием;
- альдегидов с применением реакции Шиффа;
- альдегидов и кетонов при совместном присутствии;
- альдегидов и ацеталей при совместном присутствии;
- кетонов и кеталей при совместном присутствии;
- альдегидов бисульфитным методом;
- альдегидов полярографическим методом.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

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

**2. КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ
ПО РЕАКЦИИ С ГИДРОХЛОРИДОМ ГИДРОКСИЛАМИНА**

2.1 Аппаратура и реактивы

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор концентрации c $(\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}) = 0,5$ моль/дм³, нейтральный по метиловому оранжевому (4 г гидрохлорида гидроксиламина растворяют в 40 см³ дистиллированной воды и добавляют 60 см³ этилового спирта).

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

2.2. Проведение анализа

0,5 г или 1 см³ анализируемого вещества (анализируемое вещество должно быть нейтральным, иначе его следует нейтрализовать по метиловому оранжевому) помещают в пробирку, приливают 1 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина и одну-две капли раствора метилового оранжевого. Определению мешают перекиси, ацетали и кетали.

Появление красной окраски указывает на присутствие карбонильных соединений.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛИФАТИЧЕСКИХ АЛЬДЕГИДОВ

3.1. Сущность метода

Метод основан на количественном образовании оксимов при взаимодействии гидрохлорида гидроксиламина с соединениями, имеющими в своем составе карбонильную группу. Содержание карбонильного соединения определяют по эквивалентному ему количеству соляной кислоты, выделившейся при этой реакции.

3.2. Аппаратура и реактивы

Колба П-1—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр 1(3)—25(50) ГОСТ 1770—74.

Бюretteка 1(3)—2—50—0,1 ГОСТ 20292—74.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор концентрации c ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) = 0,5 моль/дм³; готовят по п. 2.1.

Натрия гидроксиде по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

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

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%; 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.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

0,2—1,0 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания карбонильного соединения), взвешивают, результат взве-

шивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 15 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, а для альдегидов с молекулярной массой менее 150—25 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина и сразу же титруют выделившуюся соляную кислоту раствором щелочи в присутствии метилового оранжевого до желтой окраски.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

1,0% — для продуктов с массовой долей альдегидов более 50%;

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

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

Если анализируемый альдегид летуч, то навеску необходимо брать в раствор гидрохлорида гидроксиламина.

3.3, 3.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ, АЛИФАТИЧЕСКИХ И АЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АЛЬДЕГИДОВ

4.1. 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.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Бюretka 1(3)—2—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор концентрации c ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) = 1,0 моль/дм³ (7 г гидроксиламина гидрохлорида растворяют в 15 см³ дистиллированной воды и добавляют 85 см³ этилового спирта).

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Бромфеноловый синий (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

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).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа

0,2—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания альдегида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 10 см³ этилового спирта, 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина и сразу же титруют выделившуюся соляную кислоту спиртовым раствором щелочи в присутствии бромфенолового синего до зелено-желтой окраски, соответствующей цвету окраски контрольного опыта, который проводят параллельно рабочему.

4.3. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20},$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, израсходованный на титрование соляной кислоты, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ спиртового раствора щелочи, израсходованный на нейтрализацию гидрохлорида гидроксиламина, см³;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указываются в п. 3.4.

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ И НЕКОТОРЫХ ЗАМЕЩЕННЫХ АЛЬДЕГИДОВ

5.1. Сущность метода

Метод основан на количественном образовании оксимов при

взаимодействии гидрохлорида гидроксиламина с соединениями, имеющими в своем составе карбонильную группу. Карбонильные соединения определяют по количеству гидроксиламина, вступившего в реакцию.

Массовую долю кетонов выражают карбонильным числом (гидроксиламиновым числом), т. е. количеством миллиграммов гидроксики калия эквивалентного гидроксиламину, необходимого для оксимирирования 1 г анализируемого вещества, или в процентах.

5.2. 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(250)-29/32 ТХС ГОСТ 25336-82.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

Бюretка 1(3)-2-50-0,1 ГОСТ 20292-74.

Цилиндр 1(3)-25 ГОСТ 1770-74.

Баня водяная.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456-79, раствор концентрации c ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) = 0,5 моль/дм³ или 1,0 моль/дм³; готовят по п. 2.1 или по п. 4.1.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204-77; раствор концентрации c (H_2SO_4) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Бромфеноловый синий (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1-77.

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

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1-83, ГОСТ 25794.3-83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5.3. Проведение анализа

0,2-0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания карбонильного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина (1,0 моль/дм³ раствор в 85%-ном спирте при определении замещенных циклических кетонов и 0,5 моль/дм³ раствор во всех других случаях), из бюretки 10-15

см³ раствора гидроокиси калия и 8—10 капель раствора бромфенолового синего. Колбу соединяют с воздушным холодильником и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч (при определении замещенных циклических кетонов в течение 2 ч). Параллельно проводят контрольный опыт. После охлаждения титруют избыток гидроксиламина-основания серной кислотой сначала в контрольном, а затем в рабочем опыте до одинаковой зелено-желтой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю карбонильного соединения (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20} ,$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса карбонильного соединения;

m — масса навески вещества, г.

5.4.2. Карбонильное число (гидроксиламиновое число) (X_3) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 28,05}{m} ,$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать:

1,5% — для продуктов с массовой долей карбонильного соединения более 50%;

1,0% — для продуктов с массовой долей карбонильного соединения от 10 до 50%;

0,5% — для продуктов с массовой долей карбонильного соединения менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ МЕТОДОМ ОКСИМИРОВАНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

6.1. 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.

Бюretка 7—2—10 ГОСТ 20292—74.

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

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

Цилиндр 1(3)—25 ГОСТ 1770—74.

Стакан Н-2—100 ТХС ГОСТ 25336—82.

Мешалка магнитная.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор (рН 3,5—4,0) концентрации c ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) = 0,5 моль/дм³ или 1,0 моль/дм³ готовят по п. 2.1 или п. 4.1.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (KOH) = 0,2 моль/дм³ (0,2 н.) или 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Перед определением pH-метр проверяют согласно инструкции, приложенной к прибору.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6.2. Проведение анализа

0,2—0,5 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания карбонильного соединения) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в стакан для титрования, приливают цилиндром 15 см³ этилового спирта, нейтрализуют до pH 3,5—4,0, а затем приливают 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина. В стакан опускают электроды и при постоянном перемешивании титруют потенциометрически выделившуюся соляную кислоту раствором щелочи до pH 3,5—4,0.

Раствор щелочи прибавляют к титруемому раствору в начале порциями по 1—2 см³, а затем вблизи точки эквивалентности, порциями по 0,1 см³.

6.3. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_4) в процентах вычисляют по формуле, указанной в п. 3.4, или при титровании 0,2 моль/дм³ раствором гидроокиси калия по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot M}{m \cdot 50} \cdot 100$$

где V — объем точно 0,2 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ указаны в п. 3.4.

6.2, 6.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ МЕТОДОМ ОКСИМИРОВАНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

7.1. Аппаратура и реактивы по п. 6.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации $c (1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ моль/дм³ (0,5 н.) или 0,2 моль/дм³ (0,2 н.).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7.2. Проведение анализа

0,2—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания кетона) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают цилиндром 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина (1,0 моль/дм³ раствор в 85%-ном спирте при определении двух- или четырехзамещенных циклических кетонов и 0,5 моль/дм³ раствор во всех других случаях) и из burettes 10—15 см³ 0,5 моль/дм³ или 0,2 моль/дм³ раствора щелочи. Колбу соединяют с воздушным холодильником и нагревают на кипящей водяной бане. Время указано в нормативно-технической документации. По охлаждении колбы реакционную смесь количественно переносят в стакан для титрования (колбу промывают 10 см³ этилового спирта в два приема). В стакан опускают электроды и титруют гидроксиламин-основание серной кислотой при постоянном перемешивании до pH 3,5—4,0. До такого же pH титруют гидроксиламин-основание в контрольном опыте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

7.3. Обработка результатов

Массовую долю карбонильного соединения (X_5) в процентах вычисляют по формуле, указанной в п. 5.4, или при титровании 0,2 моль/дм³ раствором по формуле

$$X_5 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 50} ,$$

где V — объем точно 0,2 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,2 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса карбонильного соединения;
 m — масса навески вещества, г.

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).

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ МЕТОДОМ ОКСИМИРОВАНИЯ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ЩЕЛОЧЬЮ

8.1. Сущность метода

Метод основан на реакции оксимирования кетона после удаления примесей. Примеси удаляют обработкой кетона 0,5 моль/дм³ раствором щелочи.

8.2. 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(250)-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.

Цилиндр 1(3)-25(50) по ГОСТ 1770-74.

Бюretка 1(3)-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456-79, раствор концентрации c ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) = 0,5 моль/дм³; готовят по п. 2.1.

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

Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, спиртовой раствор концентрации c (KOH) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204-77; раствор концентрации c (H_2SO_4) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Бромфеноловый синий (индикатор), раствор с массовой долей 0,1%; 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).

8.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации — по ГОСТ 25794.1—83, ГОСТ 25794.3—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

8.3. Проведение анализа

0,3—0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания кетона) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают 15 см³ этилового спирта и из бюретки 3 см³ раствора гидроокиси калия. Нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин, избыток щелочи титруют раствором серной кислоты до появления зелено-желтой окраски при применении в качестве индикатора бромфенолового синего.

К нейтральному раствору приливают 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина и точно 10 см³ раствора гидроокиси калия, смесь нагревают в течение 30 мин. После охлаждения титруют избыток гидроксиламина-основания серной кислотой до зелено-желтой окраски в присутствии индикатора бромфенолового синего. Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

8.4. Обработка результатов

Массовую долю кетона (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20} ,$$

где V — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование гидроксиламина-основания в рабочем опыте, см³;

M — молекулярная масса кетона;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P_1=0,95$ указаны в п. 5.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ РЕАКЦИИ ШИФФА

9.1. Сущность метода

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

9.2. Аппаратура и реактивы

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

Колба Гр-50-14/23 ТС по ГОСТ 25336-82.

Холодильник ХПТ-1-100-14/23 ХС по ГОСТ 25336-82.

Колба П-1-100-29/32 ТХС по ГОСТ 25336-82.

Алонж АКП-14/23-29/32 ТС по ГОСТ 25336-82.

Изгиб И<75° 2К-14/23-14/23 ТС по ГОСТ 25336-82.

Баня со сплавом Вуда.

Пипетки автоматические вместимостью 10 и 15 см³.

Термометр лабораторный по ГОСТ 28498-90.

Реактив Фишера или реактив Ван дер Мюллена (приготовление реактива по ГОСТ 14618.6-78).

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

Метанол-яд по ГОСТ 6995-77.

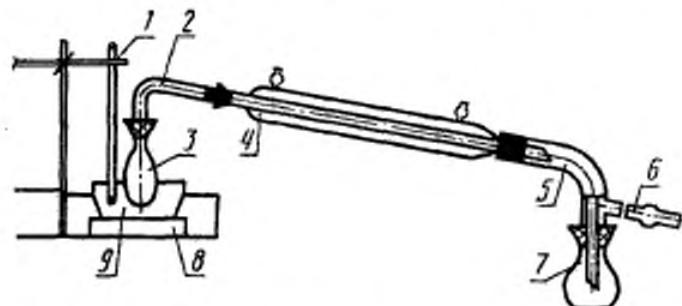
Бензол по ГОСТ 5955-75.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

9.3. Проведение анализа

0,1-0,5 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания альдегида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в грушевидную колбу, приливают автоматической пипеткой 15 см³ раствора анилина в бензоле. Колбу соединяют с холодильником, имеющим алонж и приемник, и помещают в баню со сплавом Вуда (см. черт. 1), температуру бани доводят до 150°C и плитку



1—термометр; 2—соединительная трубка; 3—грушевидная колба вместимостью 75 мл; 4—холодильник Лебиха; 5—аллонж; 6—хлоралicyциевая трубка; 7—хол. ба-приемник; 8—закрытая плитка; 9—баня со сплавом Вуда

Черт. 1

выключают. Температура бани не должна превышать 175°C. Колбу вынимают из бани, отсоединяют и через перевернутую соединительную трубку промывают холодильник из автоматической пипетки 10 см³ метанола, собирая его в приемник. Выделившуюся при реакции воду титруют реагентом Фишера или Вандер-Мюллена. Титрование проводят визуально или электрометрически (ГОСТ 14618.6-78).

Параллельно проводят контрольный опыт, определяя содержание воды во взятых реактивах без отгонки по ГОСТ 14618.6-78.

9.4. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \left[\frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 100}{m} - W \right] \frac{M}{18},$$

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

V_1 — объем реагента, израсходованный на титрование воды в реактивах, взятых для определения, см³;

W — содержание воды в продукте, %;

T — титр реагента для титрования;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ приведены в п. 5.4.

9.3, 9.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ И КЕТОНОВ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

10.1. Сущность метода

Метод основан на определении суммы альдегида и кетона методом оксимирирования и определения альдегида по реакции Шиффа.

10.2. Определение суммы альдегида и кетона проводят по разд. 5 и рассчитывают на молекулярную массу альдегида (X_2).

10.3. Определение альдегида (X_7) проводят по разд. 9.

10.4. Массовую долю кетона (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = (X_2 - X_7) \cdot \frac{M_1}{M},$$

где X_2 — массовая доля альдегида и кетона, %;

X_7 — массовая доля альдегида, %;

M_1 — молекулярная масса кетона;
 M — молекулярная масса альдегида.

11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ И АЦЕТАЛЕЙ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

11.1. Сущность метода

Метод основан на определении свободного альдегида по реакции Шиффа и суммы альдегидов по реакции с гидрохлоридом гидроксиламина после гидролиза ацетала.

11.2. Аппаратура и реактивы

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

Цилиндр 1(3)-25,50 по ГОСТ 1770-74.

Бюretка 1(3)-2-50-0,1 по ГОСТ 20292-74.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456-79, раствор концентрации c ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) = 0,5 моль/дм³ или 1,0 моль/дм³ готовят по п. 2.1 или п. 4.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор концентрации c (H_2SO_4) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм³.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1-77.

Бромфеноловый синий (индикатор), раствор с массовой долей индикатора 0,1%; готовят по ГОСТ 4919.1-77.

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).

11.3. Проведение анализа

0,2-0,7 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания альдегида) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу. Цилиндром приливают 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина и из бюretки 5 см³ 0,5 моль/дм³ серной кислоты. Колбу нагревают на водяной бане в течение 1 ч. Выделившуюся соляную кислоту и взятую серную после охлаждения титруют раствором щелочи в присутствии метилового оранжевого или бромфенолового синего. Параллельно проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

11.4. Определение альдегида (X_7) проводят по разд. 9.

11.5. Обработка результатов

Массовую долю карбонильных соединений (альдегида и ацетала) (X_9), рассчитанную на молекулярную массу альдегида (M), в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(V - V_1) \cdot M}{m \cdot 20} ,$$

где V — объем точно 0,5 н. раствора щелочи, израсходованный на титрование кислот, см^3 ;

V_1 — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты в контрольном опыте, см^3 ;

M — молекулярная масса альдегида;

m — масса навески вещества, г.

Массовую долю ацетала (X_{10}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{10} = (X_9 - X_7) \cdot \frac{M_1}{M} ,$$

где X_9 — массовая доля альдегида и ацетала, %;

X_7 — массовая доля альдегида, %;

M_1 — молекулярная масса ацетала;

M — молекулярная масса альдегида.

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).

12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЕТОНОВ И КЕТАЛЕЙ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

12.1. Сущность метода

Метод основан на определении суммы кетона и кетала по реакции с гидрохлоридом гидроксиламина после гидролиза кетала и определении свободного кетона по реакции с гидрохлоридом гидроксиламина в щелочной среде.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

12.2. Определение суммы кетона и кетала (X_{11}) проводят по разд. 11 методом оксимирования в кислой среде. Время нагревания указывается в нормативно-технической документации.

12.3. Определение кетонов (X_2) проводят методом оксимирования в щелочной среде.

12.4. Аппаратура и реактивы — по п. 5.2.

12.5. Проведение анализа

0,2—0,4 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания кетона) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу, приливают из бюретки 10 см³ гидроокиси калия, 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина и 8—10 капель раствора бромфенолового синего. В зависимости от строения кетона реакционную смесь или прямо титруют серной кислотой, или нагревают предварительно на кипящей водяной бане в течение 1 ч, соединив колбу с обратным холодильником. Параллельно проводят контрольный опыт. По охлаждении титруют избыток гидроксиламина-основания серной кислотой сначала в контрольном опыте, а затем в рабочем до одинаковой зелено-желтой окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

12.6. Обработка результатов

Массовую долю кетона (X_2) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 5.4.

Массовую долю кетала (X_{12}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = (X_{11} - X_2) \cdot \frac{M_1}{M} ,$$

где X_{11} — массовая доля кетона и кетала, %;

X_2 — массовая доля кетона, %;

M_1 — молекулярная масса кетала;

M — молекулярная масса кетона.

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).

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЛЬДЕГИДОВ В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ БИСУЛЬФИТНЫМ МЕТОДОМ

13.1. Сущность метода

Метод основан на свойстве альдегидов образовывать с раствором бисульфита натрия растворимые в воде соединения.

13.2. Аппаратура и реактивы

Колба Кассина (см. черт. 2) вместимостью 100 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Пипетка 6(7)—1—5,10 по ГОСТ 20292—74.

Баня водяная.

Натрия бисульфит технический по ГОСТ 902—76, раствор с массовой долей бисульфита натрия 10%.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

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).

13.3. Проведение анализа

5 см³ анализируемого вещества приливают пипеткой в колбу Кассиа, добавляют 70 см³ 10%-ного раствора бисульфита натрия. Содержимое колбы нагревают на водяной бане до 50—60°C при частом встряхивании в течение 15 мин. Затем, постепенно прибавляя раствор бисульфита натрия, переводят непрореагировавшую часть масла в горло колбы. Мелкие капли, прилипшие к стенкам и горлу колбы, заставляют подниматься легким постукиванием и вращением колбы. Охлаждают колбу до комнатной температуры и измеряют объем непрореагировавшего вещества в градуированной части колбы.

13.4. Обработка результатов

Массовую долю альдегида (X_{13}) в объемных процентах вычисляют по формуле

$$X_{13} = \frac{(5-V) \cdot 100}{5},$$

где V — объем вещества, не вошедший в реакцию, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 1,0% — для продуктов с содержанием альдегидов от 10 до 50%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



Черт. 2

14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

14.1. Сущность метода

Полярографический метод основан на восстановлении карбонильных соединений на ртутно-капельном электроде.

14.2. Аппаратура и реактивы

Трубка ТХ-И-2—100(150) по ГОСТ 25336—82.

Капилляр, скорость вытекания ртути должна составлять 1 каплю за 3—5 с.

Полярограф любой марки.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104-88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Стакан Н-2-10(25) ТХС по ГОСТ 25336-82.

Пипетка 6(7)-1-5,10 по ГОСТ 20292-74.

Колба 1(2)-25-2 по ГОСТ 1770-74.

Калий хлористый по ГОСТ 4234-77, раствор концентрации c (KCl) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77.

Ртуть хлористая.

Агар пищевой по ГОСТ 16280-88.

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

(Измененная редакция, Изд. № 2).

14.3. Подготовка к анализу

Каломельный электрод готовят следующим образом: одну-две капли очищенной ртути растирают в фарфоровой чашке с небольшим количеством хлористой ртути (взятой на кончик ножа) до получения темно-серой массы; полученную пасту промывают несколько раз раствором хлористого калия.

В электрод помещают сначала ртуть так, чтобы она заполнила дно сосуда, сверху заливают каломель, растиртую со ртутью, и затем раствор хлористого калия (можно влиять раствор после промывания каломельной пасты).

Агаровый мостик готовят следующим образом: 3 г агара кипятят со 100 см³ воды в фарфоровой чашке; к полученному коллоидному раствору прибавляют при перемешивании 10 г хлористого калия. Теплую жидкую массу заливают в U-образные стеклянные трубы.

Очистка ртути: ртуть промывают 3%-ным раствором азотной кислоты, а затем водой, спиртом и серным эфиром. Затем ртуть фильтруют через бумажный фильтр, в котором сделаны отверстия с помощью иголки. Ртуть должна иметь чистую зеркальную поверхность.

Построение калибровочного графика: снимают полярограмму эталонного раствора анализируемого карбонильного соединения разных концентраций.

В мерную колбу помещают навеску анализируемого вещества, содержащую 0,1000 г карбонильного соединения. Растворяют в 5-10 см³ спирта, доводят спиртом до метки и хорошо перемешивают.

В три стаканчика-электролизера наливают пипеткой соответственно 1, 2, 3 см³ раствора, добавляют в каждый стаканчик спирт до объема 4 см³ и 2 см³ раствора соляной кислоты.

В стакан опускают электрод и снимают полярограмму при такой чувствительности гальванометра, при которой для 1 см³ раствора образца высота волны не превышает 25 мм.

Такие измерения необходимо производить для 2—3 навесок образцового соединения.

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс концентрацию в граммах на кубический сантиметр, а по оси ординат длину волны в миллиметрах, или вычисляют значение 1 мм высоты волны полярограммы в граммах образцового вещества (X_{14}) по формуле

$$X_{14} = \frac{m \cdot V}{V_1 \cdot h},$$

где V_1 — объем колбы, мл;

V — объем раствора, взятый для измерения, см³;

h — высота волны, мм;

m — масса навески карбонильного соединения (образца), г.

(Измененная редакция, Изд. № 2).

14.4. Проведение анализа

Анализируемое вещество, содержащее около 0,1 г карбонильного соединения, взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу, затем растворяют в 3—5 см³ этилового спирта и доводят объем спирта до метки. Хорошо перемешивают и снимают полярограммы раствора в тех же концентрациях, как и для образца, и при той же чувствительности гальванометра. Высоты волн полученных полярограмм и полярограмм образца должны быть близкими по величине. В противном случае следует величину навески анализируемого вещества изменить.

(Измененная редакция, Изд. № 1).

14.5. Обработка результатов

Массовую долю карбонильного соединения (X_{15}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{15} = \frac{X_{14} \cdot V \cdot 100 \cdot h}{V_1 \cdot m},$$

где X_{14} — значение 1 мм полярограммы для чистого образца, г;

V — объем колбы, см³;

V_1 — объем раствора, взятый для измерения, см³;

h — высота волны, мм;

m — масса навески вещества, г.

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. В стандарт введены международные стандарты ИСО 1271—83, ИСО 1279—84

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.2—69

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение ИТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 902—76	13.2
ГОСТ 1770—74	3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 11.2; 13.2; 14.2
ГОСТ 3118—77	14.2
ГОСТ 4204—77	5.2; 7.1; 8.2; 11.2
ГОСТ 4234—77	14.2
ГОСТ 4328—77	3.2; 11.2
ГОСТ 4461—77	14.2
ГОСТ 4919.1—77	2.1; 3.2; 4.1; 5.2; 8.2; 11.2
ГОСТ 5456—79	2.1; 3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 11.2
ГОСТ 5819—78	9.2
ГОСТ 5955—75	9.2
ГОСТ 5962—67	3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 11.2; 14.2
ГОСТ 6709—72	3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 11.2; 13.2
ГОСТ 6995—77	9.2
ГОСТ 8683—79	5.2; 6.1; 8.2
ГОСТ 16280—88	14.2
ГОСТ 18300—87	3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 11.2; 14.2
ГОСТ 20292—74	3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 11.2; 13.2; 14.2
ГОСТ 24104—88	3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 9.2; 11.2; 14.2
ГОСТ 24363—80	4.1; 5.2; 6.1; 8.2
ГОСТ 25336—82	3.2; 4.1; 5.2; 6.1; 8.2; 9.2; 14.2
ГОСТ 25794.1—83	3.2.1; 5.2.1; 8.2.1
ГОСТ 25794.3—83	4.1.1; 5.2.1; 6.1.1; 8.2.1
ГОСТ 28498—90	9.2

6. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 г. Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1679

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