МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 709— 2014

МАСЛА ЭФИРНЫЕ

Метод определения эфирного числа

(ISO 709:2001, IDT)

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2015**

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «ПАРФЮМТЕСТ» (АНО «ПАРФЮМТЕСТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 июня 2014 г. № 45-2014)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 сентября 2014 г. № 1062-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 709—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 01 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 709:2001 Essential oils – Determination of ester (Масла эфирные. Определение эфирного числа).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 217 «Косметика» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА ЭФИРНЫЕ

Метод определения эфирного числа

Essential oils. Method for determination of ester

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения эфирного числа эфирных масел.

Этот метод не распространяется на эфирные масла, содержащие лактоны или значительную долю альдегидов.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая его изменения).

ISO 356, Essential oils – Preparation of test samples (Масла эфирные. Подготовка образцов для испытаний)

ISO 385, Laboratory glassware – Burettes (Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки)*

ISO 1242, Essential oils – Determination of acid value (Масла эфирные. Метод определения кислотного числа)

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **эфирное число** (ester value, *EV*): Количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации кислот, высвобождаемых при гидролизе эфиров, содержащихся в 1 г эфирного масла.

4 Сущность метода

Эфиры, присутствующие в составе эфирного масла, гидролизуют при нагревании в заданных условиях при избытке стандартного титрованного спиртового раствора гидроксида калия. Избыток щелочи определяют обратным титрованием стандартным раствором соляной кислоты.

5 Реактивы

Для испытания следует использовать реактивы аналитической степени чистоты, а также дистиллированную или деминерализованную воду, или воду аналогичной степени чистоты.

* Действует взамен ISO 385-1, ISO 385-2 и ISO 385-3.

5.1 Этанол, 95 % (объемная концентрация) температурой 20 °С, свеженейтрализованный раствором гидроксида калия (см. 5.2) в присутствии цветового индикатора (см. 5.4), который используют для определения кислотности.

5.2 Гидроксид калия, стандартный титрованный спиртовой раствор, *c* (KOH) = 0,5 моль/дм^3 при температуре 20 °С, стандартизованный непосредственно перед каждой серией испытаний.

5.3 Соляная кислота, стандартный титрованный раствор, *c* (HCl) = 0,5 моль/дм^3 при температуре 20 °С.

Важно, чтобы температура реактивов составляла 20 °С, особенно у спиртового раствора гидроксида калия, поскольку его объем значительно изменяется с изменением температуры.

5.4 Цветовой индикатор

В качестве индикатора следует использовать спиртовой раствор фенолфталеина 2 г/дм^3 (см. 5.1). Если эфирное масло содержит компоненты с фенольными группами, в качестве индикатора используют спиртовой раствор фенолового красного 0,4 г/дм^3, 20 % (объемная концентрация).

Примечание – При выполнении этого требования следует опираться на стандарт для конкретного эфирного масла.

6 Оборудование

Стандартное лабораторное оборудование, а также следующее.

6.1 Колба для омыления с круглым стеклянным горлом, из стекла, устойчивого к щелочам, вместимостью от 100 до 250 см^3, к которой с помощью шлифов можно присоединить стеклянный воздушный конденсатор длиной не менее 1 м и внутренним диаметром от 1 до 1,5 см.

При необходимости, особенно в случае с эфирными маслами с высоким содержанием легких фракций, а также в зависимости от времени размещения в кипящей водяной бане, стеклянную трубку можно заменить водоохлаждаемым противоточным конденсатором.

6.2 Пробирки вместимостью 5 см^3.

6.3 Бюретки вместимостью 25 см^3, градуированные с шагом в 0,05 см^3, отвечающие требованиям ISO 385, класс B.

6.4 Кипящая водяная баня.

6.5 Аналитические весы точностью до 0,001 г.

6.6 Потенциометр.

7 Отбор проб

В методе, определенном настоящим стандартом, отбор проб не рассматривается. Рекомендуется использовать метод отбора проб, приведенный в ISO 212 [1].

Важно, чтобы в лабораторию на анализ поступила репрезентативная проба, которая не была повреждена или изменена во время транспортирования или хранения.

8 Подготовка пробы для испытания

Пробу для испытания готовят согласно ISO 356.

9 Проведение испытания

9.1 Порция пробы для испытания

Отмеряют 2 г пробы для испытания с точностью до 0,005 г.

Можно использовать другую массу порции пробы для испытания, если это указано в стандарте на конкретное эфирное масло.

9.2 Холостое испытание

Проводят холостое испытание параллельно с основным испытанием (см. 9.3), в тех же условиях и с использованием тех же реактивов (см. 9.3.3).

9.3 Испытание

9.3.1 Помещают необходимую массу порции пробы для испытания (см. 9.1) в колбу для омыления (см. 6.1). Добавляют из бюретки (см. 6.3) 25 см^3 раствора гидроксида калия (см. 5.2) (см. примечание) и фрагменты пемзы или фарфора.

Примечание – Если масса отобранной порции пробы для испытания сохранилась после определения коэффициента кислотности, то нет необходимости выполнять его нейтрализацию перед добавлением гидроксида калия.

Для масел с высоким эфирным числом необходимо увеличить объем использованного раствора гидроксида калия (см. 5.2), чтобы значение ($V_0 - V_1$) (см. раздел 10) было не менее 10 см^3.

Для масел с низким эфирным числом необходимо увеличить массу порции пробы для испытания.

Подсоединяют воздушный конденсатор или водоохлаждаемый противоточный конденсатор и устанавливают колбу в кипящую водяную баню (см. 6.4) на время, которое зависит от испытуемого эфирного масла. Это время должно быть задано в технических характеристиках испытуемого масла.

Дают остыть и убирают колбу. Добавляют 20 см^3 воды и пять капель раствора фенолфталеина или фенолового красного (см. 5.4), если эфирное масло содержит фенолы или соединения с фенольными группами.

9.3.2 Титруют избыток гидроксида калия соляной кислотой (см. 5.3).

9.3.3 Раствор, оставшийся после определения коэффициента кислотности, может быть использован для холостого испытания. Для этого в него добавляют сначала 5 см^3 этанола (см. 5.1), а затем 25 см^3 раствора гидроксида калия (этот объем соответствует объему, введенному при определении коэффициента кислотности).

9.4 Потенциометрия

Потенциометрию можно использовать для всех эфирных масел, но наиболее удобной она является для сильно окрашенных эфирных масел, для которых трудно оценить конечную точку цветового индикатора (например, масло ветиверии). В подобном случае необходимо использовать те же реактивы и устройство.

Примечание – Подобные особые случаи описываются в стандарте на конкретное эфирное масло.

10 Обработка результатов

10.1 Расчеты

10.1.1 Эфирное число

Эфирное число *EV* определяют по формуле

$$EV = \frac{28{,}05}{m}(V_0 - V_1) - AV,$$

где V_0 – объем соляной кислоты (см. 5.3), которую используют для холостого испытания (см. 9.2), см^3;

V_1 – объем соляной кислоты (см. 5.3), которую используют для рабочего испытания (см. 9.3.2), см^3;

m – масса порции пробы для испытания, г;

AV – кислотное число согласно ISO 1242.

Массовую долю эфира *w*, в процентах по отношению к указанному эфиру, определяют по формуле

$$w = \frac{M_r \cdot EV}{561},$$

где M_r – относительная молекулярная масса эфира, используемого для выражения результата;

EV – эфирное число, вычисленное, как описано выше.

Полученное значение эфирного числа округляют до двух значащих цифр, если оно менее 100, и до трех значащих цифр, если оно больше.

10.1.2 Определение эфирного числа после кислотного числа

Если определение выполняют с помощью раствора, полученного при определении кислотного числа, эфирное число вычисляют по формуле

$$EV = \frac{28,05}{m}(V_0 - V_1'),$$

где V_1' – объем соляной кислоты (см. 5.3), которую используют для нового определения, см^3.

11 Протокол испытания

В протоколе испытания указывают:

- всю информацию, необходимую для однозначной идентификации пробы;
- метод отбора проб, если он известен;
- метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;
- все рабочие параметры, не указанные в настоящем стандарте или описанные в нем как необязательные, а также любые обстоятельства, которые могли бы повлиять на результаты;
- полученный результат или результаты.

Приложение А
(справочное)

Точность

А.1 Общие сведения

На момент разработки настоящего стандарта требования к точности для данного метода испытания не установлены. Тем не менее, принимая во внимание текущие данные, целесообразно, чтобы пользователи настоящего стандарта включали информацию о повторяемости и воспроизводимости полученных значений. Ожидается, что конкретные требования к точности появятся в следующей редакции настоящего стандарта.

А.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученных при использовании одного и того же метода, для идентичного испытуемого эфирного масла, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, может не более чем в 5 % случаев превысить 0,7 для эфирного числа или 0,25 % для эфира с молярной массой, например, 196,29.

Примечание – При использовании колориметрии вместо потенциометрии для анализа цветных эфирных масел расхождение между двумя измерениями может быть выше.

А.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученных при использовании одного и того же метода, для идентичного испытуемого эфирного масла, в различных лабораториях, различными операторами, с использованием различного оборудования, может не более чем в 5 % случаев превысить 1,4 для эфирного числа или 0,5 % для эфира с молярной массой, например, 196,29.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 356 Масла эфирные. Подготовка образцов для испытаний	IDT	ГОСТ ISO 356–2014 Масла эфирные. Подготовка проб для испытаний
ISO 385 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки	–	*
ISO 1242Масла эфирные. Метод определения кислотного числа	IDT	ГОСТ ISO 1242–20 Масла эфирные. Метод определения кислотного числа
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

Библиография

[1] ISO 212*, Essential oils – Sampling (Масла эфирные. Отбор образцов)

* Действует ГОСТ ISO 212–2014 «Масла эфирные. Отбор проб».

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.60 IDT

Ключевые слова: эфирные масла, эфирное число

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 31 экз. Зак. 519

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru