

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

**Методы определения спиртов и фенолов**

**ГОСТ**

**14618.8—78**

Essential oils, aromatics and their intermediates.  
Methods for determination of alcohols and phenols

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:

первичных спиртов и фенолов ацетилированием в присутствии пиридиния;

первичных и вторичных спиртов ацетилированием в присутствии пиридиния;

первичных и вторичных спиртов ацетилированием в присутствии хлорной кислоты и пиридиния;

спиртов ацетилированием в этилацетате в присутствии хлорной кислоты (вторичные, пространственно затрудненные спирты, фенолы и многоатомные спирты);

смежных гидроксильных групп окислением йодокислым калием в кислой среде (многоатомные спирты);

спиртов дегидратацией с серной кислотой (линалоол, гераниол);

спиртов дегидратацией с *n*-толуолсульфокислотой;

спиртов по эфирному числу после ацетилирования в присутствии уксуснокислого натрия (ментол, гераниол и другие в эфирных маслах);

спиртов формилированием;

этилового спирта в абсолютных маслах;

фенолов по растворимости в щелочах.

(Измененная редакция, Иzm. № 1).

## **С. 2 ГОСТ 14618.8—78**

### **1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ**

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

### **2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ СПИРТОВ И ФЕНОЛОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ПИРИДИНА**

#### **2.1. Сущность метода**

Метод основан на ацетилировании точным количеством уксусного ангидрида. Пиридин прибавляют в качестве растворителя и катализатора ацетилирования.

Содержание спиртов выражается гидроксильным числом в миллиграммах гидроокиси калия на один грамм продукта 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.

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

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

Пипетка автоматическая вместимостью 5 и 20 см<sup>3</sup>.

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°C.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

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

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

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, 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.**

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**2.2.2. Приготовление ацетилирующей смеси**

Смешивают 1 часть уксусного ангидрида и 3 части пиридина и оставляют на 15—20 мин.

При длительном хранении смесь окрашивается в желтый цвет и в таком виде непригодна для применения.

#### **2.3. Проведение анализа**

0,3—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта или фенола) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см<sup>3</sup> ацетилирующей смеси и оставляют на 1—2 ч, в зависимости от строения анализируемого спирта. По истечении этого времени приливают цилиндром 20 см<sup>3</sup> горячей воды (50—60°C), перемешивают, приливают автоматической пипеткой 20 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и титруют 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроокиси натрия в присутствии фенол-фталеина до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. В случае кислой реакции анализируемого продукта в отдельной навеске следует определить количество щелочи, необходимое для нейтрализации взятой навески по ГОСТ 14618.7—78.

Параллельно проводят контрольный опыт.

#### 2.2. 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 2.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта или фенола ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1)M}{m \cdot 20} .$$

Гидроксильное число ( $X_1$ ) в мг КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 28}{m} .$$

Массовую долю спирта ( $X_2$ ) в процентах (в продукте, содержащем кислоту) вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{[V - (V_1 - V_2)]M}{m \cdot 20} ,$$

где  $V$  — объем точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в контролльном опыте, см<sup>3</sup>;

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

$V_2$  — объем точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты, содержащейся в данной навеске, см<sup>3</sup>;

$M$  — молекулярная масса спирта;

$m$  — 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 спирта более 50%;
- 1,0% — для продуктов с массовой долей спирта от 10 до 50%;
- 0,5% — для продуктов с массовой долей спирта менее 10%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### **3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ И ВТОРИЧНЫХ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ПИРИДИНА**

3.1. Аппаратура и реактивы по п. 2.2.

3.2. Проведение анализа

0,3—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см<sup>3</sup> ацетилирующей смеси, присоединяют обратный холодильник и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 или 2 ч в зависимости от строения спирта.

Дальнейшее определение и обработку результатов проводят по пп. 2.3 и 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### **4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРВИЧНЫХ И ВТОРИЧНЫХ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ПРИСУТСТВИИ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ И ПИРИДИНА**

4.1. Аппаратура и реактивы

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

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

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.

Пипетка автоматическая вместимостью 5 и 20 см<sup>3</sup>.

Пипетка 4(5)—1—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

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

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°C.

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

Кислота хлорная, ч. д. а., с массовой долей кислоты 57%.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

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 ацетилирующей смеси

К 80 мл пиридина добавляют 0,12 см<sup>3</sup> 57%-ной хлорной кислоты, приливают 25 см<sup>3</sup> уксусного ангидрида и перемешивают 5 мин. Ацетилирующая смесь через сутки приобретает красную окраску, поэтому ее необходимо готовить непосредственно перед проведением анализа.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа и обработку результатов проводят по пп. 2.3 и 2.4. Время реакции от 10 до 60 мин в зависимости от строения спирта.

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ АЦЕТИЛИРОВАНИЕМ В ЭТИЛАЦЕТАТЕ В ПРИСУТСТВИИ ХЛОРНОЙ КИСЛОТЫ

[вторичные, пространственно затрудненные спирты, фенолы, многоатомные спирты]

#### 5.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании спиртов раствором уксусного ангидрида в этилацетате в присутствии хлорной кислоты.

#### 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 по ГОСТ 25336—82 с пришлифованной пробкой.

Пипетка автоматическая вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Цилиндр 1(3)—25(100) по ГОСТ 1770—74.

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

Пипетка 4(5)—1—1 по ГОСТ 20292—74.

Баня водяная.

Этилацетат по ГОСТ 8981—78.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°C.

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

Кислота хлорная, ч. д. а., с массовой долей кислоты 57%.

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

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

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

Ангидрид фосфорный, ч. д. а.

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

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).

#### 5.2.1. Приготовление ацетилирующей смеси

К 60 см<sup>3</sup> этилацетата (свежеперегнанного над фосфорным ангидрилом) приливают при перемешивании 0,15 см<sup>3</sup> 57%-ной хлорной кислоты и 10 см<sup>3</sup> уксусного ангидрида. Смесь перемешивают в течение 5 мин. Ацетилирующая смесь устойчива в течение недели.

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

#### 5.3. Проведение анализа

0,1—0,8 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу с пришлифованной пробкой, приливают автоматической пипеткой 5 см<sup>3</sup> ацетилирующей смеси и перемешивают до полного растворения. Если анализируемый спирт плохо растворим в ацетилирующей смеси, реакционную массу нагревают на водяной бане 1—2 мин, а затем оставляют на 15 мин при 18—20°C.

По истечении этого времени прибавляют 5 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> смеси пиридин-вода 3 : 1 (по объему), перемешивают и оставляют реакционную смесь на 5 мин. Затем прибавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Параллельно проводят контрольный опыт.

#### 5.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1)M}{m \cdot 20},$$

где  $V$  — объем точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходованный на титрование уксусной кислоты в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, израсходо-

ванный на титрование уксусной кислоты в рабочем опыте, см<sup>3</sup>;

*t* — масса навески вещества, г;

*M* — молекулярная масса спирта.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

5.3; 5.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СМЕЖНЫХ ГИДРОКСИЛЬНЫХ ГРУПП ОКИСЛЕНИЕМ ЙОДНОКИСЛЫМ КАЛИЕМ В КИСЛОЙ СРЕДЕ

[многоатомные спирты]

### 6.1. Сущность метода

Метод основан на окислении многоатомных спиртов, имеющих смежные гидроксильные группы (гликоли, глицерин, эритрит, маннит), йоднокислым калием в кислой среде.

Избыток йоднокислого калия восстанавливают йодистым калием в кислой среде и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия.

### 6.2. 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.

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

Пипетка 2—1—20 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 6(7)—1—1 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—5(10) по ГОСТ 1770—74.

Колба 1(2)—250(1000) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с массовой долей кислоты 4% и раствор концентрации  $c\left(\frac{1}{2}\right)\text{H}_2\text{SO}_4=2$  моль/дм<sup>3</sup> (2 н.).

Калий йоднокислый (7,6 г йоднокислого калия растворяют в растворе серной кислоты концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup> и разбавляют дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор с массовой долей йодистого калия 10%, свежеприготовленный.

Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, раствор концентрации  $c\left(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\right)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей крахмала 0,5%.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техниче-

скими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2.1. Приготовление титрованных растворов и проверка их концентрации по ГОСТ 25794.2—83.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

6.3. Проведение анализа

0,2—0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. 10 см<sup>3</sup> этого раствора пипеткой переносят в колбу с пробкой, приливают из бюретки или пипеткой 20 см<sup>3</sup> раствора йодокислого калия и 2 см<sup>3</sup> 4%-ной серной кислоты.

Реакционную массу оставляют на 1,5—2 ч. Затем добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия. В качестве индикатора применяют раствор крахмала.

Параллельно проводят контрольный опыт.

6.4. Обработка результата

Массовую долю многоатомного спирта ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1)M \cdot 25}{(n-1)m \cdot 200} \cdot 100$$

где  $V$  — объем точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в контролльном опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование йода в рабочем опыте, см<sup>3</sup>;

$M$  — молекулярная масса спирта;

$n$  — число смежных гидроксильных групп;

$m$  — 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 значений, указанных в п. 2.4.

6.3, 6.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ДЕГИДРАТАЦИЕЙ С СЕРНОЙ КИСЛОТОЙ

{Линалоол, гераниол}

### 7.1. Сущность метода

Метод основан на количественном отщеплении молекулы воды

от молекулы спирта при нагревании с серной кислотой. Спирт определяют по количеству выделившейся воды.

## 7.2. Аппаратура и реактивы

Аппарат для количественного определения воды АКОВ-10 по ГОСТ 1594—69.

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

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770—74.

Баня песчаная.

Электроплитка по ГОСТ 14919—83.

Фарфор неглазурованный, пемза прокаленная, кусочки.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или ГОСТ 9880—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 плотностью 1,83—1,84 г/см<sup>3</sup>.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 7.3. Проведение анализа

10—50 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50—75 см<sup>3</sup> толуола и содержимое колбы тщательно перемешивают, добавляют кусочки неглазурованного фарфора или прокаленной пемзы. Колбу соединяют с приемником-ловушкой. Открытый конец приемника-ловушки соединяют с холодильником. Колбу нагревают на закрытой электроплитке или песчаной бане до кипения. Кипячение ведут так, чтобы конденсирующийся растворитель не скапливался в холодильнике, а стекал в ловушку со скоростью 2—4 капли/с. При этом в приемнике вместе с растворителем собираются мелкие капли воды, которые оседают на дно приемника, а растворитель, дойдя до уровня отводной трубки, стекает обратно в колбу.

Смесь кипятят не более 2 ч до прекращения выделения воды. После охлаждения прибора до 20°C измеряют объем воды, собравшейся в приемнике. Затем в колбу прибавляют концентрированную серную кислоту в количестве 1% от массы навески анализируемого продукта и смесь кипятят в условиях, описанных выше. Реакцию дегидратации ведут в течение 3 или 5 ч в зависимости от навески, после чего холодильник смывают 20—30 см<sup>3</sup> толуола.

Прибору дают остить до 20°C и производят отсчет воды, собравшейся в приемнике.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## 7.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта ( $X_5$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V - V_1)M \cdot 100}{m \cdot 18} ,$$

где  $V$  — общий объем воды, собранный в приемнике, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем воды, собранный в приемнике до проведения реакции дегидратации, см<sup>3</sup>;

$M$  — молекулярная масса спирта;

$m$  — масса навески вещества, г;

18 — молекулярная масса воды.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в п. 2.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ДЕГИДРАТАЦИЕЙ с *n*-ТОЛУОЛСУЛЬФОКИСЛОТОЙ

#### 8.1. Сущность метода

Метод основан на количественном отщеплении молекулы воды при нагревании спирта с *n*-толуолсульфокислотой. Выделяющаяся вода титруется реагентом Фишера или Ван-дер-Мюллена электрометрически или визуально.

#### 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.

Цилиндр 1(3)—10(100) по ГОСТ 1770—74.

Аппарат для количественного определения воды АКОВ-10 по ГОСТ 1594—69.

Прибор для электрометрического титрования воды, приведенный в ГОСТ 14870—77.

Пипетки автоматические вместимостью 10 и 15 см<sup>3</sup>.

Колба Гр-100—14/23 ТС по ГОСТ 25336—82.

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

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

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

Баня песчаная, глицериновая или масляная, или со сплавом Вуда.

Термометр по ГОСТ 28498—90.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации  $c$  (KOH)=0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 н.), готовят по ГОСТ 25794.3—83.

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

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

Толуол по ГОСТ 9880—76 или ГОСТ 5789—78.

Метанол-яд по ГОСТ 6995—77.

*n*-Толуолсульфокислота, ч.

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

8.3. Подготовка к анализу

8.3.1. *Приготовление суспензии *n*-толуолсульфокислоты в толуоле*

К 100 см<sup>3</sup> толуола, помещенного в круглодонную колбу, прибавляют 0,5 г *n*-толуолсульфокислоты, взвешенной с погрешностью не более 0,002 г. Колбу соединяют с холодильником через приемник-ловушку и кипятят смесь до прекращения выделения воды не более 1,5 ч. Затем смесь охлаждают, колбу отсоединяют и закрывают пробкой. Смесь может храниться в течение 2 недель.

8.3.2. *Определение *n*-толуолсульфокислоты в толуольной суспензии*

Суспензию тщательно перемешивают и отбирают 10 см<sup>3</sup> пипеткой, добавляют 5 см<sup>3</sup> этилового спирта и титруют 0,2 моль/дм<sup>3</sup> спиртовым раствором гидроокиси калия по фенолфталеину.

Массовую долю кислоты ( $X_6$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V \cdot 172}{10 \cdot 50} \cdot$$

где  $V$  — объем точно 0,2 моль/дм<sup>3</sup> спиртового раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты, см<sup>3</sup>;

10 — объем раствора *n*-толуолсульфокислоты, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;

172 — молекулярная масса *n*-толуолсульфокислоты.

Массовая доля *n*-толуолсульфокислоты в суспензии должна быть 0,4—0,5%.

#### 8.4. Проведение анализа

8.4.1. 0,3—0,5 г анализируемого вещества (в зависимости от содержания спирта) взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, туда же пипеткой добавляют 10 см<sup>3</sup> суспензии *n*-толуолсульфокислоты в толуоле (суспензию предварительно перемешивают). Реакционную массу нагревают с обратным холодильником на песчаной бане до кипения и кипятят

5 мин. После охлаждения колбы промывают холодильник из автоматической пипетки метанолом или пиридином (в случае анализа спиртов в эфирных маслах и смесях, содержащих ацетаты дегидратирующихся спиртов, холодильник необходимо промывать только пиридином). Дают хорошо стечь растворителю, после чего титруют реагентом Фишера или Ван-дер-Мюллена как описано в ГОСТ 14618.6—78.

Параллельно проводят контрольный опыт.

В отдельной навеске определяют воду в анализируемом веществе по ГОСТ 14618.6—78.

**(Измененная редакция, Изд. № 1).**

8.4.2. Если при проведении реакции дегидратации образуется темная реакционная смесь, то анализ проводят по методике, указанной ниже.

8.4.3. 0,5 г анализируемого вещества взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в грушевидную колбу, добавляют пипеткой 10 см<sup>3</sup> суспензии *n*-толуолсульфокислоты в толуоле, предварительно хорошо перемешанной, соединяют с приемником через холодильник Либиха и отгоняют смесь воды с толуолом в течение 5 мин, применяя для обогрева баню со сплавом Вуда, глицериновую или масляную баню, нагретую до 130°C. Температура бани во время отгона не должна быть выше 155°C. При достижении температуры бани 150°C выключают обогрев. После охлаждения колбу отсоединяют и через перевернутую соединительную трубку промывают холодильник из автоматической пипетки 10 см<sup>3</sup> пиридина, собирая его в приемник. Отогнанную воду титруют реагентом Фишера или Ван-дер-Мюллена. Воду в анализируемом веществе и контрольном опыте определяют непосредственно титрованием реагентом.

**(Измененная редакция, Изд. № 1).**

**8.5. Обработка результатов**

Массовую долю спирта ( $X_7$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем реагента, израсходованный на титрование воды в рабочем опыте, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем реагента, израсходованный на титрование воды в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$W$  — массовая доля воды в продукте, %;

$m$  — масса навески вещества, г;

$T$  — титр реагента;

$M$  — молекулярная масса спирта;

18 — молекулярная масса воды.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  указаны в п. 2.4.

(Измененная редакция, Иzm. № 1).

## 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ПО ЭФИРНОМУ ЧИСЛУ ПОСЛЕ АЦЕТИЛИРОВАНИЯ В ПРИСУТСТВИИ УКСУСНОКИСЛОГО НАТРИЯ

[ментол, гераниол и другие в эфирных маслах]

### 9.1. Сущность метода

Метод основан на ацетилировании спирта при нагревании уксусным ангидридом в присутствии уксуснокислого натрия, выделении и омылении полученного ацетата. Спирт определяют по количеству щелочи, израсходованной на омыление ацетата.

### 9.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Колба П-1—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.

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

Цилиндр 1(3)—25(50) по ГОСТ 1770—74.

Воронка ВД-1—100(250) ХС по ГОСТ 25336—82.

Воронка В-56(75)—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815—77 или ГОСТ 21039—75, свежеперегнанный с температурой кипения 136—138°C.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, плавленый.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84—76, раствор с массовой долей углекислого натрия 1—2%, насыщенный хлористым натрием (содово-солевой раствор).

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

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

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

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

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> (0,5 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

9.3. Проведение анализа

10 см<sup>3</sup> анализируемого вещества помещают в колбу, прибавляют 15 см<sup>3</sup> уксусного ангидрида, 2 г плавленного уксуснокислого натрия и кипятят с обратным холодильником в течение 1,5 ч на песчаной бане или электрической плитке. После охлаждения в колбу приливают 30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды для разложения избытка уксусного ангидрида и снова нагревают в течение 15 мин на водяной бане при частом перемешивании.

Содержимое колбы переносят в делительную воронку, сливают водно-кислый слой и промывают эфирный слой содово-солевым раствором. В случае образования эмульсии промывку осуществляют горячим содово-солевым раствором в присутствии фенолфталеина до розовой окраски промывных вод.

Промытый ацетат высушивают прокаленным сульфатом натрия и фильтруют, 1,0 г отфильтрованного ацетата взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, омыляют как указано в ГОСТ 14618.7—78.

Параллельно проводят омыление исходного продукта в тех же условиях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.4. Обработка результатов

Массовую долю свободных спиртов ( $X_8$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(\mathcal{E}_{42} - \mathcal{E}_{41})M \cdot 100}{56100 - 42(\mathcal{E}_{42} - \mathcal{E}_{41})} = \frac{(\mathcal{E}_{42} - \mathcal{E}_{41})M}{561 - 0,42(\mathcal{E}_{42} - \mathcal{E}_{41})},$$

где  $\mathcal{E}_{41}$  — эфирное число до ацетилирования;

$\mathcal{E}_{42}$  — эфирное число после ацетилирования;

$M$  — молекулярная масса спирта;

56100 — молекулярная масса гидроокиси калия, мг;

42 — увеличение молекулярной массы спирта вследствие его перехода в ацетат.

При отсутствии в анализируемом спирте примеси сложных эфиров массовую долю свободных спиртов ( $X_9$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{VM}{20(m - V \cdot 0,021)},$$

где  $V$  — объем точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup> спиртового раствора гидро-

окиси калия, израсходованный на омыление, см<sup>3</sup>;

*M* — молекулярная масса спирта;

*m* — масса навески вещества, г;

0,021 — поправочный коэффициент на увеличение массы спирта после ацетилирования, соответствующий 1 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия.

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% — для продуктов с массовой долей определяемого вещества от 10 до 50%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТОВ ФОРМИЛИРОВАНИЕМ

(линалоол, родинол)

### 10.1. Сущность метода

Метод основан на реакции спирта с концентрированной муравьиной кислотой при нагревании, выделении и омылении полученного формиата.

### 10.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Колба К-1—100(250)—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХПТ-1—400(600)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—10, 25, 100 по ГОСТ 1770—74.

Воронка ВД-1—100(250) ХС по ГОСТ 25336—82.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848—73, плотность 1,22 г/см<sup>3</sup>.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

10.3. Проведение анализа

10 см<sup>3</sup> анализируемого вещества помещают в колбу, смешивают с 20 см<sup>3</sup> концентрированной муравьиной кислоты и нагревают с обратным холодильником в течение 1 ч на водяной бане при частом перемешивании.

По окончании нагревания содержимое колбы охлаждают, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды, тщательно перемешивают и переносят в делительную воронку для отделения водного слоя. Масляный слой промывают до нейтральной реакции водой.

Промытый продукт высушивают прокаленным сернокислым натрием, отфильтровывают около 0,5 г полученного сложного эфира, взвешивают в колбе для омыления, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака и проводят омыление так же, как при определении эфирного числа по ГОСТ 14618.7—78.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 10.4. Обработка результатов

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

$$X_{10} = \frac{VM}{20(m - V \cdot 0,014)} \cdot 100$$

где  $V$  — объем точно 0,5 моль/дм<sup>3</sup> спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на омыление, см<sup>3</sup>;

$M$  — молекулярная масса спирта;

$m$  — масса навески вещества, г;

0,014 — поправочный коэффициент на увеличение массы формилированного спирта (соответствует 1 см<sup>3</sup> 0,5 моль/дм<sup>3</sup> спиртового раствора гидроокиси калия, г).

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в п. 9.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В АБСОЛЮТНОМ РОЗОВОМ МАСЛЕ

### 11.1. Сущность метода

Метод основан на испарении этилового спирта с поверхности при 20°C.

### 11.2. Аппаратура

Баня воздушная или термостат.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—88 с наибольшим пределом взвешивания 200 г. Стаканчик СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336—82.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 11.3. Проведение анализа

1,0 г анализируемого масла взвешивают, результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака, помещают в бюксу. Бюксу с навеской помещают в термостат с температурой 20°С. После часовой выдержки бюксу взвешивают, затем ставят опять в термостат на 1 ч и снова взвешивают. Если уменьшение массы превышает 0,01 г, бюксу оставляют в тех же условиях еще на 1 ч. Если уменьшение массы бюксы менее 0,01 г, то считают спирт удаленным и уменьшение массы суммируют. При взвешивании бюкса должна быть закрыта крышкой.

#### 11.4. Обработка результатов

Массовую долю спирта ( $X_{11}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = \frac{(m_1 - m_2) 100}{m} \text{,}$$

где  $m_1$  — масса бюксы с анализируемым маслом до испарения, г;

$m_2$  — масса бюксы с анализируемым маслом после испарения, г;

$m$  — масса навески масла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать 0,5% — для продуктов с массовой долей этилового спирта не более 10%.

11.3, 11.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛОВ В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ

### 12.1. Сущность метода

Определение основано на образовании растворимых в воде фенолятов при взаимодействии фенола с раствором щелочи.

### 12.2. Аппаратура и реактивы

Колба Кассиа, вместимостью 100 см<sup>3</sup> (см. чертеж) с ценой деления не более 0,1 мм.

Пипетка по ГОСТ 1770—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4233—77, 3%-ный раствор.

### 12.3. Проведение анализа

В колбу Кассиа пипеткой вносят 10 см<sup>3</sup> анализируемого вещества и приливают 50—60 см<sup>3</sup> 3%-ного раствора гидроокиси натрия. Смесь тщательно перемешивают в течение получаса, а затем, добавляя раствор щелочи, переводят непрореагированную часть вещества в горлышко колбы. После отстаивания отсчитывают объем вещества, не вступившего в реакцию со щелочью, в градуированной части колбы при 20°.



Время отстаивания указывают в научно-технической документации на конкретное масло.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 12.4. Обработка результатов

Объемную долю фенола ( $X_{12}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{12} = (10 - V) 10,$$

где  $V$  — объем нерастворившегося вещества, см<sup>3</sup>.

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 объемной долей фенола от 50 до 90%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

## 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 № 3170**

**3. В стандарт введены международные стандарты ИСО 3793—76, ИСО 1272—73, ИСО 1241—80**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.8—69**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 84—76	9.2
ГОСТ 199—78	9.2
ГОСТ 1594—69	7.2; 8.2
ГОСТ 1770—74	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 7.2; 8.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 4166—76	9.2; 10.2
ГОСТ 4204—77	6.2; 7.2; 9.2
ГОСТ 4232—74	6.2
ГОСТ 4233—77	9.2
ГОСТ 4328—77	2.2; 4.1; 5.2
ГОСТ 5789—78	7.2; 8.2
ГОСТ 5815—77	2.2; 4.1; 5.2; 9.2
ГОСТ 5848—73	10.2
ГОСТ 5962—67	2.2; 5.2; 8.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 6995—77	8.2
ГОСТ 8682—79	4.1; 9.2
ГОСТ 8981—78	5.2
ГОСТ 9880—76	5.2; 7.2
ГОСТ 10163—76	6.2
ГОСТ 12026—76	9.2
ГОСТ 13647—78	2.2; 4.1; 5.2; 8.2
ГОСТ 14870—77	8.2
ГОСТ 14919—83	7.2; 9.2
ГОСТ 18300—87	2.2; 5.2; 8.2; 9.2; 10.2
ГОСТ 20292—74	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 9.2;
ГОСТ 21039—75	2.2; 4.1; 5.2; 9.2
ГОСТ 24104—88	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 7.2; 8.2; 9.2; 10.2;
ГОСТ 24363—80	11.2 5.2; 8.2; 9.2; 10.2

*Продолжение*

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 25336—82	2.2; 4.1; 5.2; 6.2; 8.2; 9.2; 10.2; 11.2
ГОСТ 25794.1—83	2.2.1; 4.1.1; 5.2.1; 9.2.1
ГОСТ 25794.2—83	6.2.1
ГОСТ 25794.3—83	5.2.1; 9.2.1; 10.2.1
ГОСТ 27068—86	6.2
ГОСТ 28498—90	8.2

**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]**