

**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 полупродукты 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 гидроокиси 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. Бюретка 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/дм³ (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 см³ 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/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, г;

28,05 — количество гидроокиси калия в 1 см³ 0,5 моль/дм³ 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.

Бюretка 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 с (КОН) = 0,1 моль/дм³ (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 см³ 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/дм³ 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/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование, см³;

M — молекулярная масса кислоты;

m — масса навески вещества, г;

5,61 — количество гидроокиси калия в 1 см³ 0,1 моль/дм³ 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.

Бюretка 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/дм³ (0,1 н.) или 0,5 моль/дм³ (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 см³ 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 см³, а затем, вблизи точки эквивалентности — порциями по 0,1 см³, 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.

Бюretка 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/дм³ (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 реактивов, 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 см³ воды, 2 см³ 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 см³ раствора анилина в толуоле, 10 см³ 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/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты в первом титровании, см³;

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 V₁ — объем точно 0,5 моль/дм³ раствора щелочи, израсходованный на титрование кислоты во втором титровании, см³;

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. 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—10 мм, длиной 100—110 см.

Бюretка 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.

С. 8 ГОСТ 14618.7—78

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.) и c (КОН) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор концентрации c ($\frac{1}{2}$ H₂SO₄) = 0,5 моль/дм³.

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 см³ нейтрального этилового спирта, 1—2 капли раствора фенолфталеина, перемешивают и титруют 0,1 моль/дм³ раствором щелочи до появления розовой окраски, учитывая кислотность анализируемого сложного эфира. Затем приливают из бюретки 20 см³ 0,5 моль/дм³ 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/дм³ 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/дм³ раствора серной кислоты, израсходованный на титрование щелочи в контрольном опыте, см³;

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

M — молекулярная масса сложного эфира;

m — масса навески вещества, г;

28,05 — количество гидроокиси калия в 1 см³ 0,5 моль/дм³ 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_8) в мг КОН на 1 г вещества вычисляют по формуле

$$X_8 = X_2 + X_6,$$

где X_2 — кислотное число;

X_6 — 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 дана 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)