УДК 668.5 : 543.06 : 006.354 Группа Н69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА

Методы определения растворимости, летучих веществ и примесей

ГОСТ 14618.11—78

Essential oils, aromatics and their intermediates. Methods for determination of solubility and content of volatile matters and impurities

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:

растворимости жидких веществ в водно-спиртовых смесях;

остатка после выпаривания;

веществ, перегоняющихся с насыщенным паром (летучих) в экстрактовых маслах;

нерастворимого в спирте остатка в резиноидах.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

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

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ЖИДКИХ ВЕЩЕСТВ В ВОДНО-СПИРТОВЫХ СМЕСЯХ

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении эфирного масла в водно-спиртовом растворе.

2.2. Аппаратура и реактивы

Цилиндр 2—10(25) или пробирка П-2—10(25)—14/23 ХС по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 3—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 4(5)—1—1(2) или 6(7)—1—5(10) по ГОСТ 20292—74.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Термостат или водяная баня.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Термометр ТЛ-2 1-Б 2(3) по ТУ 25—2021.003—88 или ГОСТ 28498—90.

Допускается применение аппаратуры, технологические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

2.3. *Проведение анализа*

В цилиндр с притертой пробкой вместимостью 10 см³ наливают пипеткой 1 см³ анализируемого вещества, имеющего температуру 20°С. Затем постепенно прибавляют из пипетки или бюретки водно-спиртовой раствор нужной концентрации и тщательно встряхивают цилиндр после каждого прибавления. Отмечают минимальное количество целых кубических сантиметров водно-спиртового раствора, необходимого для полного растворения 1 см³ анализируемого вещества.

Водно-спиртовые растворы готовят при 20°С смешением 96%-ного этилового спирта и воды в объемных и весовых соотношениях, указанных в табл. 1, или спирта другой концентрации по табл. 2.

Таблица 1

Объемная доля этилового спирта, %	Объем дистиллированной воды при 20°С, который добавляют к 100 см³ 96%-ного этилового спирта	Масса 96%-ного этилового спирта	Масса воды, г
96	0	100,0	0
95	1,1	95,6	4,4
90	6,5	91,3	8,7
85	13,5	84,8	15,2
80	21,2	78,3	21,7
75	29,9	72,4	27,6
70	39,6	66,5	33,5
65	50,9	61,0	39,0
60	63,8	55,5	44,5

Таблица 2

Крепость исходного этилового спирта, %	Крепость требуемого этилового спирта, %						
	90	85	80	75	70	65	60
95	64	133	209	295	391	501	629
90	—	65	138	218	310	414	535
85	—	—	68	144	231	329	443
80	—	—	—	72	153	246	353
75	—	—	—	—	76	163	264

Примечание. Цифра в месте пересечения горизонтальной и вертикальной строк указывает количество кубических сантиметров воды при 20°С, которое следует добавить к 1000 см³ исходного этилового спирта при 20°С для получения спирта требуемой крепости.

2.2, 2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТКА ПОСЛЕ ВЫПАРИВАНИЯ

3.1. Сущность метода

Метод основан на выпаривании летучей части эфирного масла на кипящей водяной бане и взвешивании остатка.

3.2. Аппаратура

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

Баня водяная.

Чашка ЧВК-1—50 по ГОСТ 25336—82 или

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336—82.

Допускается применение аппаратуры, технические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Проведение анализа

В круглодонной чашке взвешивают от 3 до 5 г анализируемого вещества, результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака, ставят на 1 ч на кипящую водяную баню так, чтобы вода не касалась чашки, и выпаривают. Чашку охлаждают в эксикаторе и взвешивают с той же погрешностью Выпаривание проводят повторно до тех пор, пока масса чашки с веществом после нагревания будет отличаться от массы чашки предыдущего взвешивания не более чем на 0,01 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Обработка результатов

Массовую долю остатка после выпаривания (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m)\,100}{m_1 - m},$$

где m — масса чашки, г;

m_1 — масса чашки с эфирным маслом, г;

m_2 — масса чашки с остатком после выпаривания, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать 0,4 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЩЕСТВ, ПЕРЕГОНЯЮЩИХСЯ С НАСЫЩЕННЫМ ПАРОМ (ЛЕТУЧИХ), В ЭКСТРАКТОВЫХ МАСЛАХ

4.1. Сущность метода

Метод основан на отгонке с водяным паром летучих веществ в градуированный приемник.

4.2. Аппаратура

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

Баня песчаная.

Колба П-1—1000—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82.

Холодильник ХПТ-2—400(600)—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1(3)—250(500) по ГОСТ 1770—74.

Приемник градуированный (Гинзберга) (см. чертеж).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

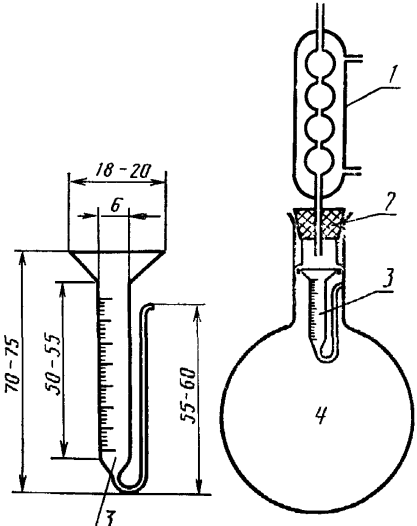
Термометр ТЛ-2 1-Б 2(3) по ТУ 25—2021.003—88 или ГОСТ 28498—90.

Допускается применение аппаратуры, технические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Проведение анализа

В круглодонную колбу, снабженную обратным холодильником и градуированным приемником, помещают 5 г анализируемого экстракта, результат взвешивания в граммах записывают до второго десятичного знака, и приливают 250 см³ воды. Колбу нагре-



1—обратный шариковый холодильник; *2*—резиновая пробка; *3*—градуированный приемник с ценой деления 0,025 см³, *4*—колба вместимостью 700 см³

вают на песчаной бане в течение нескольких часов, пока не прекратится увеличение объема масла, выделяющегося в градуированной части приемника. Объем масла измеряют при 20°С. Плотность выделившегося масла определяют микропикнометром или приводят среднее значение плотности, указанной в НТД на эфирное масло. Время нагревания указывают в стандарте на продукцию.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. Обработка результатов

Массовую долю веществ, перегоняющихся с насыщенным паром (летучих), в экстрактовых маслах (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{Vd_{20}^{20} \cdot 100}{m},$$

где V — объем выделившегося масла, см³;

d_{20}^{20} — относительная плотность выделившегося масла;

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%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕРАСТВОРИМОГО В СПИРТЕ ОСТАТКА В РЕЗИНОИДАХ

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении резиноида в спирте и взвешивании нерастворимого остатка.

5.2. Аппаратура и реактивы

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

Фильтр пористый № 3.

Колба Кн-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 2(3)—1—5(10) или 6(7)—1—5(10) по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1—5(10) и 1(3)—50(100) по ГОСТ 1770—74.

Термометр ТЛ-2 1-Б 2(3) по ТУ 25—2021.003—88 или ГОСТ 28498—90.

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

Баня водяная.

Шкаф сушильный.

Допускается применение аппаратуры, технические и метрологические характеристики которой не ниже указанных в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. Проведение анализа

В коническую колбу помещают 1 г анализируемого вещества, результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака, растворяют в 50 см³ 96%-ного этилового спирта при нагревании до 70—80°С на водяной бане и затем охлаждают до 0°С, погружая колбу в смесь из льда с водой, и выдерживают при 0°С в течение 1 ч. Выпавший осадок фильтруют через фильтр, предварительно высушенный до постоянной массы. Остаток на фильтре промывают дважды этиловым спиртом (по 5 см³). Фильтр с осадком высушивают при температуре 100°С до постоянной массы.

5.4. Обработка результатов

Массовую долю нерастворимого остатка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка, г;

m — масса навески вещества, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать 0,2%.

5.3, 5.4. **(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; **З. Э. Максимова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.11.78 № 3172

3. В стандарт введены международные стандарты ИСО 875—81 и ИСО 4715—78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.11—69

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.2; 4.2; 5.2
ГОСТ 5962—67	2.2
ГОСТ 6709—72	2.2; 4.2
ГОСТ 9147—80	3.2
ГОСТ 14618.0—78	1.1
ГОСТ 18300—87	2.2; 5.2
ГОСТ 20292—74	2.2
ГОСТ 24104—88	3.2; 4.2; 5.2
ГОСТ 25336—82	3.2; 4.2; 5.2
ГОСТ 28498—90	3.2; 4.2; 5.2

6. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 16.06.89 № 1682

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