

**МАСЛА ЭФИРНЫЕ, ВЕЩЕСТВА ДУШИСТЫЕ
И ПОЛУПРОДУКТЫ ИХ СИНТЕЗА****Методы определения плотности и показателя
преломления**Essential oils, aromatics and their intermediates.
Methods for determination of density and refractive
index

ОКСТУ 9151, 9152, 9154

ГОСТ**14618.10—78****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:

плотности жидкостей ареометром;
плотности жидкостей пикнометром;
показателя преломления жидкостей.

Понятия плотности жидкости и относительной плотности приведены в справочном приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

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

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТЕЙ АРЕОМЕТРОМ**2.1. Аппаратура**

Ареометры общего назначения по ГОСТ 18481—81, с ценой наименьшего деления 0,001 г/см³.

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

Термостат или водяная баня.

Цилиндр стеклянный для ареометров по ГОСТ 18481—81.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2. Проведение анализа

Анализируемую жидкость помещают в чистый сухой цилиндр так, чтобы уровень жидкости не доходил до верхнего его края на 3—4 см и выдерживают 20 мин в термостате или водяной бане при $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Затем измеряют температуру анализируемой жидкости, осторожно перемешивая ее термометром. Когда температура жидкости установится $20 \pm 1^\circ\text{C}$, в цилиндр осторожно опускают чистый сухой ареометр, на шкале которого предусмотрена ожидаемая величина плотности. Ареометр должен плавать, не касаясь стенок и дна цилиндра.

Отсчет по делению на шкале ареометра, соответствующему нижней линии мениска жидкости, ведут через 3—4 мин после погружения. При отсчете глаз должен быть на уровне нижней линии мениска.

После определения снова измеряют температуру анализируемой жидкости, которая должна быть $20 \pm 1^\circ\text{C}$.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $0,001 \text{ г/см}^3$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Не допускается ареометром определять плотности легколетучих жидкостей.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ЖИДКОСТЕЙ ПИКНОМЕТРОМ

3.1. Аппаратура и реактивы

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

Воронка В-36—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пикнометр ПЖ-2 по ГОСТ 22524—77.

Стакан по ГОСТ 25336—82.

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

Термостат или водяная баня.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

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

Эфир этиловый.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Подготовка к анализу

Перед анализом пикнометр следует промыть последовательно подходящим растворителем для удаления следов вещества, затем

хромовой смесью, водой, спиртом, эфиром и высушить струей воздуха.

3.3. Проведение анализа

Пикнометр, высушенный до постоянной массы и взвешенный (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака) заполняют с помощью воронки или пипетки дистиллированной водой немного выше метки, закрывают пробкой и выдерживают в термостате в течение 20 мин с температурой воды $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$. При этой температуре уровень воды в пикнометре доводят до метки, быстро отбирая излишек воды при помощи пипетки или свернутой в трубку полоски фильтровальной бумаги. Пикнометр снова закрывают пробкой и выдерживают в термостате еще 10 мин, проверяя положение мениска по отношению к метке. Затем пикнометр вынимают из термостата, вытирают снаружи мягкой тканью досуха, оставляют под стеклом аналитических весов в течение 20 мин и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака).

Пикнометр освобождают от воды, высушивают, ополаскивая последовательно спиртом и эфиром, удаляют остатки эфира продуванием воздуха с помощью резиновой груши, заполняют анализируемой жидкостью и затем проводят те же операции, что и с дистиллированной водой.

Для прозрачных и светло-окрашенных жидкостей уровень устанавливают по нижней линии мениска; для мутных и темно-окрашенных — по верхней линии мениска. В последнем случае уровень воды в пикнометре также устанавливают по верхней линии мениска.

Если плотность анализируемого вещества не может быть определена при 20°C , то анализ следует проводить при температуре, указанной в стандарте на данную продукцию.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.4. Обработка результатов

Относительную плотность (d_{20}^{20}) вычисляют по формуле

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}.$$

Плотность (ρ^{20}) в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$\rho^{20} = \rho_{\text{в}}^{20} \cdot d_{20}^{20} = 0,9982 \cdot d_{20}^{20},$$

где m — масса пустого пикнометра, г;

m_1 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г;

m_2 — масса пикнометра с анализируемой жидкостью, г;

$\rho_{\text{в}}^{20} = 0,9982$ — значение плотности воды при 20°C , г/см³.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,001.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ

Показатель преломления определяют для натриевой линии спектра при 20°C рефрактометром.

4.1. Аппаратура и реактивы

Рефрактометры типа Аббе (ИРФ-22), (ИРФ-23) или другого типа.

Термостат или водяная баня.

Термометр ТЛ-5 2-Б 2 по ТУ 25—2021.003—88 или по ГОСТ 28498—90.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Подготовка к анализу

Перед определением показателя преломления поверхности призм рефрактометра промывают спиртом и вытирают, осторожно прикладывая фильтровальную бумагу или легкий неворсистый материал.

Через кожух призм рефрактометра пропускают воду, имеющую температуру $(20 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ в течение 10—15 мин.

Перед началом работы проверяют точность прибора по дистиллированной воде, показатель преломления которой при 20°C равен 1,3330, или по образцам, приложенным к рефрактометру. Проверку прибора и корректировку нуля проводят по инструкции, приложенной к прибору.

4.3. Проведение анализа

На чистую поверхность нижней призмы при помощи пипетки, стеклянной палочки или полоски бумаги, не касаясь ею призмы, наносят одну-две капли анализируемой жидкости, быстро соединяют обе призмы и прижимают их зажимом.

Окуляр устанавливают в слегка наклонном положении. Зеркало устанавливают по отношению к источнику света (естественному или искусственному) так, чтобы получить максимальную освещенность поля зрения и появления черно-белой границы светотени.

Если после фокусировки окуляра граница светотени будет

иметь некоторую окраску, то ее снимают при помощи вращения винта компенсатора. Затем медленно вращают поворотный винт, связанный с дуговой шкалой, до тех пор, пока четкая граница светотени точно и симметрично пересечет центр скрещенных визирных линий. Показатель преломления отсчитывают при помощи лупы дуговой шкалы по делению, соответствующему визирной линии шкалы. Наводку границы светотени и отсчет проводят четыре раза (по два раза сверху и снизу) и за результат измерения принимают среднее арифметическое.

После окончания измерения поверхности призм промывают спиртом или другим растворителем (в зависимости от растворимости анализируемого вещества) и высушивают так же, как перед началом определения.

При определении показателя преломления при более высокой температуре (25—30°C) следует через кожух призм рефрактометра пропускать воду, имеющую заданную температуру, до достижения соответствующего показания на термометре рефрактометра.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,0002.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ

Справочное

Плотность жидкости — величина отношения массы данной жидкости к ее объему.

Относительная плотность — величина отношения плотности анализируемой жидкости к плотности воды.

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 280—76 и ИСО 279—81

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14618.10—69

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 5962—67	3.1; 4.1
ГОСТ 6709—72	3.1; 4.1
ГОСТ 12026—76	3.1; 4.1
ГОСТ 14618.0—78	1.1
ГОСТ 18300—87	3.1; 4.1
ГОСТ 18481—81	2.1
ГОСТ 22524—77	3.1
ГОСТ 24104—88	3.1
ГОСТ 25336—82	3.1
ГОСТ 28498—90	2.1; 3.1; 4.1

6. СРОК ДЕЙСТВИЯ ПРОДЛЕН до 01.01.95 г. 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]