



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ОЛІЇ ЕФІРНІ

Метод визначення спиртів дегідратацією
сірчаною кислотою

ДСТУ 4779:2007

Видання офіційне

БЗ № 10–2006/653

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2009

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: Інститут ефіроолійних та лікарських рослин УААН і асоціація Укрефірпарфумерпром
РОЗРОБНИКИ: **Н. Богатюк; І. Данилова; Л. Тімашева**, канд. с.-г. наук (науковий керівник);
Н. Сажина; В. Сікалов; Г. Чірній; В. Шляпников, д-р техн. наук
- 2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 18 травня 2007 р.
№ 104
- 3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ (зі скасуванням в Україні ГОСТ 14618.8–78)

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2009

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Суть методу	2
5 Засоби та допоміжні пристрої	2
6 Правила готування	3
7 Методика та правила вимірювання	4
8 Опрацювання результатів	4
9 Вимоги щодо безпеки	5
10 Вимоги щодо охорони довкілля	5
Додаток А Зображення апарата типу АКОВ-10	6
Додаток Б Бібліографія	7

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ОЛІЇ ЕФІРНІ

**Метод визначення спиртів дегідратацією
сірчаною кислотою**

МАСЛА ЭФИРНЫЕ

**Метод определения спиртов дегидратацией
серной кислотой**

ESSENTIAL OILS

**The method of determination the alcohols by dehydration
with sulphuric acid**

Чинний від 2009–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на ефірні олії шавлії мускатної та коріандрову, що містять третинні терпенові спирти, і встановлює методику вимірювання масової частки спиртів у відсотках. Вимоги щодо безпечності вимірювання наведено у розділах 9 та 10.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

- ДСТУ 2728–94 (ГОСТ 30143–94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Метод визначення кислотного числа
- ДСТУ 2729–94 (ГОСТ 30145–94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Правила приймання, відбір проб та методи органолептичних випробувань
- ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови
- ДСТУ ГОСТ 7328:2003 Гирі. Загальні технічні вимоги
- ДСТУ ISO 212–2002 Олії ефірні. Відбирання проб
- ГОСТ 17.2.3.02–78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями (Охорона природи. Атмосфера. Правила встановлювання допустимих викидів шкідливих речовин промисловими підприємствами)
- ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Загальні технічні умови)
- ГОСТ 4204–77 Кислота серная. Технические условия (Кислота сірчана. Технічні умови)
- ГОСТ 4328–77 Натрия гидроокись. Технические условия (Натрію гідроксид. Технічні умови)
- ГОСТ 4919.1–77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов (Реактиви та особливо чисті речовини. Методи готування розчинів індикаторів)
- ГОСТ 5789–78 Толуол. Технические условия (Толуол. Технічні умови)
- ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода здистильована. Технічні умови)
- ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия (Папір фільтрувальний лабораторний. Технічні умови)

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия (Електроплити, електроплитки та жарильні електрошкафи побутові. Загальні технічні умови)

ГОСТ 24104–88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия (Ваги лабораторні загальної призначеності та зразкові. Загальні технічні умови)

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Посуд та устаткування лабораторні скляні. Типи, основні параметри та розміри)

ГОСТ 25794.1–83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования (Реактиви. Методи готування титрованих розчинів для кислотно-лужного титрування)

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний (Термометри рідинні скляні. Загальні технічні вимоги. Методи випробовування)

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки поградуївані. Частина 1. Загальні вимоги)

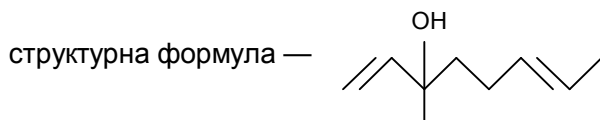
ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Частина 1. Загальні вимоги).

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче подано терміни, вжиті у цьому стандарті, та визначення позначених ними понять:

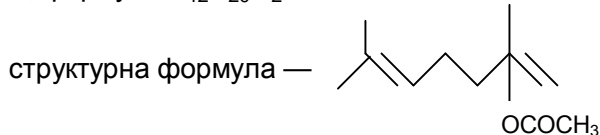
3.1 ліналоол (*linalool*)

Третинний терпеновий спирт з відносною молекулярною масою — 154,2; формула $C_{10}H_{18}O$ — 3,7-диметилкта — 1,6 — дієн — 3-ол;



3.2 ліналілацетат (*linalyl acetat*)

Складний терпеновий ефір ліналоолу та оцтової кислоти з відносною молекулярною масою — 196,28; формула $C_{12}H_{20}O_2$,

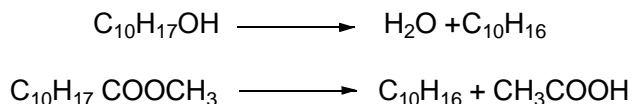


3.3 дегідратація (*dehydration*)

Хімічна реакція віднімання води від молекули речовини, що піддають дегідратації.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Метод полягає у дегідратації ліналоолу під час нагрівання за наявності концентрованої сірчаної кислоти. Масову частку ліналоолу визначають за об'ємом води, який знаходять розраховуванням після нейтралізації оцтової кислоти, що утворюється під час руйнування ліналілацетату водночас із дегідратацією ліналоолу.



5 ЗАСОБИ ТА ДОПОМІЖНІ ПРИСТРОЇ

Ваги лабораторні загального призначення 2-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104.

Набір гир Г-2-210 згідно з ДСТУ ГОСТ 7328.

Циліндр 1(3)-100 згідно з ГОСТ 1770.

Бюретки 1-2-50(25)-0,1; 6(7)-2-5(10) згідно з ГОСТ 29251.

Піпетки 6(7)-1-5; 4(5)-1-1 згідно з ГОСТ 29227.

Колба Кн-1-100(250)-29/32 ТХС чи **колба П-1-100(250)-29/32 ТХС** згідно з ГОСТ 25336.

Апарат для кількісного визначання води АКОВ-2 (АКОВ-10) згідно з чинним нормативним документом (додаток А)

Секундомір будь-якого типу згідно з чинним нормативним документом.

Термометр скляний, діапазон вимірювання температури від 0 °С до 100 °С, ціна поділки 1 °С згідно з ГОСТ 28498.

Плитка електрична згідно з ГОСТ 14919.

Баня піщана згідно з чинним нормативним документом.

Толуол згідно з ГОСТ 5789.

Кислота сірчана згідно з ГОСТ 4204.

Гідроксид натрію згідно з ГОСТ 4328.

Фіксанал сірчаної кислоти згідно з чинним нормативним документом.

Фенолфталеїн (індикатор) згідно з чинним нормативним документом, спиртовий розчин із масовою часткою індикатора 1 %.

Вода здистильована (рН 5-7) згідно з ГОСТ 6709.

Папір фільтрувальний згідно з ГОСТ 12026.

Порцеляна неглазурована або пемза прожарена, кусочки.

Проволока металева гнучка.

Піпетка з відтягнутим капілярним краєм.

Гумова груша

Дозволено використання інших засобів вимірювання з аналогічними чи вищими технічними та метрологічними характеристиками, а також реактивів, які за якістю не гірші зазначених. Усі засоби вимірювання повинні бути повірені.

6 ПРАВИЛА ГОТУВАННЯ

Готування до вимірювання здійснюють за таких умов:

6.1 Під час вимірювання температура навколишнього середовища повинна бути від 18 °С до 25 °С, відносна вологість у приміщенні повинна бути не більше ніж 80 %.

6.2 Позбавлення олії від наявності води та дегідратацію треба проводити у витяжній шафі.

6.3 Відбирання проб олії здійснюють згідно з ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145) або ДСТУ ISO 212.

6.4 Готування розчинів

6.4.1 Розчин сірчаної кислоти молярної концентрації $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ моль/дм³ готують згідно з ГОСТ 25794.1 або з фіксаналу.

6.4.2 Розчин гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ готують згідно з ГОСТ 25794.1, розділ 2. Поправковий коефіцієнт установлюють у день вимірювання.

6.4.3 Розчин фенолфталеїну готують згідно з ГОСТ 4919.1, розділ 3.

6.5 Піпетку з капілярним відтягнутим краєм підбирають так, щоб під час додавання сірчаної кислоти маса однієї краплі, що витікає з піпетки, становила від 0,005 г до 0,010 г.

6.6 Правила позбавлення олії від наявності води

Наважку ефірної олії масою $(10,00 \pm 0,10)$ г зважують у колбі апарата типу АКОВ-10 місткістю 250 см³. Усі результати зважування у грамах записують із точністю до четвертого десяткового знака. До наважки приливають циліндром 50 см³ толуолу, вміст перемішують, додають кілька кусків неглазурованої порцеляни або прожареної пемзи для рівномірного кипіння. Колбу з вмістом ставлять на гарячу піщану баню та збирають апарат типу АКОВ-10 згідно з додатком А. Нагрівання колби регулюють так, щоб розчинник, що конденсується, не накопичувався у холодильнику, а стікав у приймач-уловлювач (далі — приймач) зі швидкістю від 2-х до 4-х крапель за секунду.

Наявна в олії вода разом із паром толуолу конденсується та збирається у приймачі. Для позбавлення олії від води кип'ятіння повинно тривати не більше ніж 2 год.

Після цього припиняють нагрівання, піднімаючи апарат над піщаною банею. Після закінчення конденсації пари від'єднують приймач від холодильника і дають можливість колбі з приймачем охолонути до температури навколишнього середовища, після чого від'єднують приймач.

7 МЕТОДИКА ТА ПРАВИЛА ВИМІРЮВАННЯ

7.1 Вимірювання

На аналітичних вагах у колбу з вмістом ефірної олії, позбавленої від наявності води відповідно до 6.6 та охолодженої, додають піпеткою з відтягнутим капілярним краєм концентровану сірчану кислоту (краплями), масою від 0,20 г до 0,25 г для коріандрової ефірної олії та від 0,01 г до 0,02 г — для ефірної олії шавлії мускатної. Після кожного занурювання піпетки у кислоту її обережно витирають зовні фільтрувальним папером так, щоб кислота не стікала із зовнішніх боків піпетки.

Вміст у колбі перемішують та знов ставлять на баню, приєднуючи новий сухий приймач, і кип'ятять протягом не менше ніж 3 год.

Примітка. Дозволено перенесення дегідратації на наступний день.

7.2 Визначання загального об'єму водно-кислотного шару

Після завершення кип'ятіння апарат охолоджують до температури навколишнього середовища та заміряють об'єм водно-кислотного шару, що зібрався у нижній частині приймача. За наявності на внутрішніх стінках приймача крапель води їх переводять у його нижню частину, використовуючи гнучку тонку проволочку, дають деякий час відстоятися та роблять відлік об'єму водно-кислотного шару ($V_{\text{зар}}$) за кількістю поділок у поградуйованій частині приймача.

7.3 Перенесення водно-кислотного шару до титрувальної колби

Піпеткою з грушею максимально позбавляються верхнього толуольно-кислотного шару з поградуйованої частини приймача. Водно-кислотний шар, що залишився, переносять у суху чисту колбу для титрування за допомогою піпетки з відтягнутим капілярним краєм. Для цього занурюють капіляр до дна приймача та обережно відбирають потрібний шар рідини, слідкуючи за тим, щоб у піпетку не потрапили залишки верхнього толуольно-кислотного шару. Після цього піпетку промивають здистильованою водою всередині та зовні (2 рази по 5 см³) у колбу для титрування.

7.4 Визначання об'єму оцтової кислоти

Розчин, що отримали у титрувальній колбі, перемішують, додають 2—3 краплі розчину фенолфталеїну та титрують із мікробюретки водним розчином гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ до появи рожевого забарвлення. Результат титрування записують із точністю до другого десяткового знака. Об'єм оцтової кислоти є еквівалентним об'єму гідроксиду натрію, що витрачено на титрування розчину.

8 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

8.1 Масову частку ліналоолу w у відсотках обчислюють за формулою:

$$\omega = \frac{V \cdot \rho \cdot M_1 \cdot 100}{m \cdot M_2}, \quad (1)$$

де V — об'єм води, що виділився внаслідок дегідратації, см³;

ρ — густина води, що дорівнює 1 г/см³;

M_1 — молярна маса ліналоолу, 154,2 г/моль;

100 — коригувальний коефіцієнт, %;

m — маса наважки ефірної олії, г;

M_2 — молярна маса води 18 г/моль.

8.2 Об'єм води, що виділився внаслідок дегідратації, V , у сантиметрах кубічних, обчислюють за формулою:

$$V = V_{\text{зар}} - V_{\text{к}}, \quad (2)$$

де $V_{\text{зар}}$ — об'єм водно-кислотного шару у приймачі, см³;

$V_{\text{к}}$ — об'єм оцтової кислоти, що знайдено титриметрично, см³.

8.3 Об'єм оцтової кислоти $V_{\text{к}}$, у сантиметрах кубічних, обчислюють за формулою:

$$V_{\text{к}} = \frac{0,03 \cdot K_{\text{п}} \cdot V_{\text{п}}}{1,05}, \quad (3)$$

- де 0,03 — коефіцієнт, який враховує точну густину розчину оцтової кислоти, що його отримано під час дегідратації, г/см³;
 K_n — поправковий коефіцієнт, який враховує точну концентрацію розчину гідроксиду натрію;
 V_n — об'єм розчину гідроксиду натрію, що витрачено на титрування кислоти, см³;
 1,05 — густина оцтової кислоти за температури 20 °С, г/см³.

Примітка. Поправковий коефіцієнт (K_n) визначають згідно з 9.4 ДСТУ 2728.

8.4 Оформлювання результатів

8.4.1 Усі розрахунки проводять із точністю до третього десяткового знака з наступним округленням результату до другого десяткового знака. За результат вимірювання приймають середнє арифметичне з двох результатів паралельних визначень з округленням його до першого десяткового знака.

8.4.2 Результат визначання заносять у робочий журнал. Журнал має бути пронумеровано та прошито.

8.4.3 Допустима похибка та розбіжність результатів

За остаточний результат вимірювання приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, виконаних в одній лабораторії, якщо допустима розбіжність між ними та абсолютна похибка не перевищує значень, що наведені у таблиці 1.

Таблиця 1 — Діапазон вимірювання масової частки спирту та допустимі похибки

Вид олії, масова частка ліналоолу, %	Допустима розбіжність між двома паралельними визначаннями (збіжність вимірювань), %	Величина абсолютної похибки за довірчої ймовірності $P = 0,95$, %
Шавлія мускатна від 10,0 до 25,0 включ.	2,0	± 3,0
Коріандрова від 60,0 до 85,0 включ.	2,5	± 5,0

9 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

9.1 Під час вимірювання масової частки ліналоолу дотримуються вимог безпеки, які наведено в Інструкції з проведення робіт з кислотами та лугами.

9.2 Усі роботи з легкозаймистими рідинами (ЛЗР), електронагрівальними приладами необхідно проводити згідно з правилами безпечної роботи у хімічних лабораторіях [1] та ДСанПіН 2.2.9.027 [2].

9.3 До вимірювання та оброблення результатів вимірювання допускають осіб, що мають освіту не нижче середньої, а також тих, хто пройшов спеціальну підготовку для роботи у хімічній лабораторії та інструктаж із техніки безпеки під час роботи з ЛЗР, концентрованими кислотами та токсичними речовинами.

10 ВИМОГИ ЩОДО ОХОРОНИ ДОВКІЛЛЯ

Під час вимірювання масової частки ліналоолу дотримуються таких вимог охорони довкілля.

10.1 Контролювання за дотриманням норм викидів шкідливих речовин в атмосферу проводять згідно з ГОСТ 17.2.3.02.

10.2 Охорона ґрунту від забруднення побутовими і виробничими відходами — згідно з СанПіН 42-128-4690 [3].

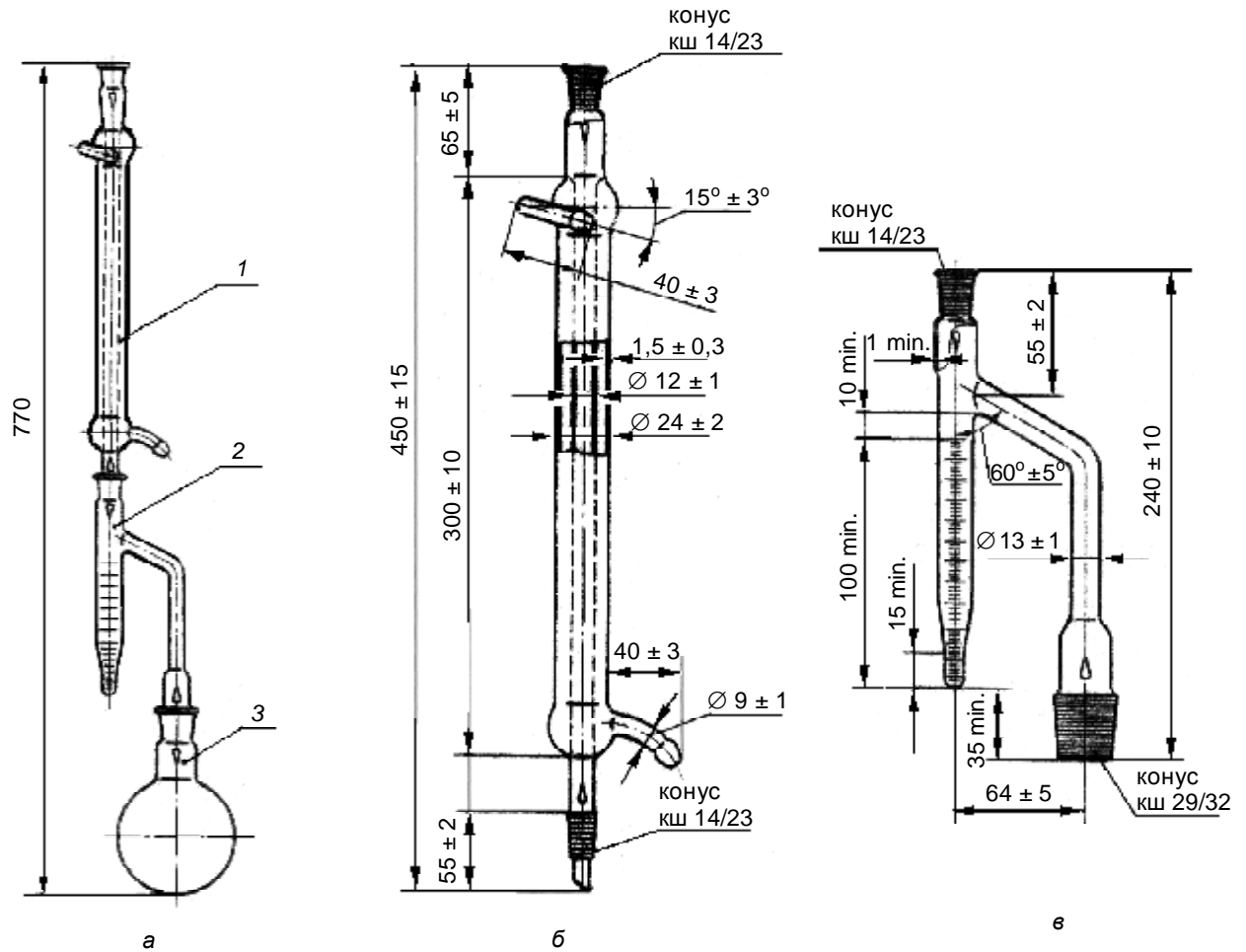
10.3 Охорона атмосферного повітря від забруднення — згідно з ДСП 201 [4].

10.4 Охорона поверхневих вод від забруднення — згідно з СанПіН 4630 [5].

ДОДАТОК А
(довідковий)

ЗОБРАЖЕННЯ АПАРАТА ТИПУ АКОВ-10

Розміри у міліметрах



а — загальний вид апарата АКОВ:

1 — зворотний холодильник;

2 — приймач-уловлювач;

3 — колба типу К-1-500-29/32;

б — зображення зворотного холодильника з розмірами;

в — зображення приймача-уловлювача з розмірами.

Рисунок А.1 — Будова апарата АКОВ-10

ДОДАТОК Б
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Техника безопасности в химических лабораториях // Л. Н. Захаров. — Л.: Изд-во «Химия», 1991. — 336 с. (Техніка з безпеки у хімічних лабораторіях // Л. Н. Захаров. — Л.: Вид-во «Хімія», 1991. — 336 с.)
- 2 ДСанПіН 2.2.9.027–99 Державні санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості, затверджені постановою Головного державного санітарного лікаря України від 01.07.99 р., № 27
- 3 СанПиН 42-128-4690–88 Санитарные правила содержания территорий населенных мест (Санітарні правила утримання територій населених місць), затверджені МОЗ СРСР від 05.08.88 р., № 4690
- 4 ДСП 201–97 Державні санітарні правила по охороні атмосферного повітря населених місць (від забруднення біологічними і хімічними речовинами), затверджені МОЗ України від 09.07.97 р., № 201
- 5 СанПиН 4630–88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения (Санітарні правила та норми охорони поверхневих вод від забруднення), затверджені МОЗ СРСР від 04.07.88 р., № 4630.

Код УКНД 71.100.60

Ключові слова: дегідратація, ефірні олії, ліналілацетат, ліналоол, титрування, хімічний аналіз.

Редактор **М. Клименко**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **Т. Нагорна**
Верстальник **С. Павленко**

Підписано до друку 20.01.2009. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ») —
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 р., серія ДК, № 1647