



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ОЛІЯ ЕФІРНА ТРОЯНДОВА

Технічні умови

ДСТУ 4652:2006

Видання офіційне

БЗ № 3–2006/261

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2008

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 1 серпня 2006 р. № 227 з 2007–07–01; згідно з наказом Держспоживстандарту України від 2 серпня 2007 р. № 176 чинність встановлена з 2008–01–01

3 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

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, 2008

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	3
4 Загальні технічні вимоги	3
5 Вимоги безпеки	4
6 Вимоги охорони довкілля	4
7 Маркування	4
8 Пакування	4
9 Правила транспортування та зберігання	4
10 Методи контролювання	4
10.1 Відбирання проб.....	4
10.2 Методи контролювання органолептичних і фізико-хімічних показників	4
10.3 Визначання масової частки загальних та первинних терпенових спиртів, стеароптенів, води та етилового спирту газохроматографічним методом.....	4
10.4 Визначання масової частки терпенових спиртів хімічним методом	7
10.5 Визначання масової частки стеароптенів ваговим методом.....	9
11 Правила приймання	10
Додаток А Хроматографічний профіль трояндової ефірної олії	11
Додаток Б Типові хроматограми трояндової ефірної олії.....	12
Додаток В Зображення удосконаленої установки Гінзберга	14
Додаток Г Бібліографія	15

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ОЛІЯ ЕФІРНА ТРОЯНДОВА

Технічні умови

МАСЛО ЭФИРНОЕ РОЗОВОЕ

Технические условия

ESSENTIAL OIL OF ROSE

Specifications

Чинний від 2008–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на олію ефірну трояндову для переробних галузей харчової, парфумерно-косметичної та медичної промисловості і встановлює технічні вимоги щодо оцінювання її якості.

Вимоги щодо безпечності продукції викладено у розділі 5.

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 3985–2000 Хроматографія газова. Терміни та визначення

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ ГОСТ 7328–2003 Гирі. Загальні технічні вимоги

ДСТУ ISO 212–2002 Олії ефірні. Відбирання проб

ДСТУ ISO 279–2002 Олії ефірні. Визначання відносної густини за температури 20 °С.

Контрольний метод

ДСТУ ISO 280–2002 Олії ефірні. Визначання показника заломлення

ДСТУ ISO 875–2002 Олії ефірні. Оцінювання змішаності з етанолом

ДСТУ ISO 11024-1:2005 Олії ефірні. Загальні настанови щодо хроматографічних профілів.

Частина 1. Готування хроматографічних профілів для подання у стандартах

ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (ССБП. Шкідливі речовини. Класифікація та загальні вимоги безпеки)

ГОСТ 17.2.3.02–78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями (Охорона природи. Атмосфера. Правила встановлення допустимих викидів шкідливих речовин промисловими підприємствами)

ГОСТ 427–75 Линейки измерительные металлические. Технические условия (Лінійки вимірювальні металеві. Технічні умови)

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 2603–79 Ацетон. Технические условия (Ацетон. Технічні умови)

ГОСТ 3022–80 Водород технический. Технические условия (Водень технічний. Технічні умови)

ГОСТ 4166–76 Натрий сернокислый. Технические условия (Натрій сірчаноокислий. 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 5541–76 Средства укупорочные корковые. Технические условия (Засоби для закупорювання коркові. Технічні умови)

ГОСТ 5789–78 Реактивы. Толуол. Технические условия (Реактиви. Толуол. Технічні умови)

ГОСТ 5815–77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия (Реактиви. Оцтовий ангідрид. Технічні умови)

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия (Вода дистильована. Технічні умови)

ГОСТ 9069–73 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза, косметическое сырье. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение (Олії ефірні, речовини запашні та напівпродукти їх синтезу, косметична сировина. Пакування, маркування, транспортування та зберігання)

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия (Азот газоподібний та рідкий. Технічні умови)

ГОСТ 13647–78 Реактивы. Пиридин. Технические условия (Реактиви. Піридин. Технічні умови)

ГОСТ 14618.5–78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа (Олії ефірні, речовини запашні та напівпродукти їх синтезу. Газохроматографічний метод аналізування)

ГОСТ 14618.6–78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения воды (Олії ефірні, речовини запашні та напівпродукти їх синтезу. Методи визначання води)

ГОСТ 14618.8–78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения спиртов и фенолов (Олії ефірні, речовини запашні та напівпродукти їх синтезу. Методи визначання спиртів та фенолів)

ГОСТ 14618.10–78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения плотности и показателя преломления (Олії ефірні, речовини запашні та напівпродукти їх синтезу. Методи визначання густини та показника заломлювання)

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

ГОСТ 17433–80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязнения (Промислова чистота. Стиснене повітря. Класи забруднення)

ГОСТ 19433–88 Грузы опасные. Классификация и маркировка (Вантажі небезпечні. Класифікація та маркування)

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия (Хлороформ. Технічні умови)

ГОСТ 21039–75 Ангидрид уксусный технический. Технические условия (Ангідрид оцтовий технічний. Технічні умови)

ГОСТ 24104–88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия (Ваги лабораторні загального призначення і 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 і розміри)

ГОСТ 25706–83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования (Лупы. Типы, основні параметри. Загальні технічні вимоги)

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 градуйовані. Частина 1. Загальні вимоги).

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

3.1 хроматографічні терміни згідно з ДСТУ 3985.

Нижче подані терміни, вжиті у цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.2 трояндова ефірна олія (*essential oil of rose*)

Суміш первинної та вторинної олій, яку отримано гідродистиляцією з квіток ефіроолійної троянди (*Rosa hybrida spp.*) родини Розоцвітих (*Rosaceae*), що вирощують в Україні

3.3 первинна олія (*essential oil obtained by steam distillation*)

Олія, що відділяється від дистиляту в олієзбірнику під час гідродистиляції

3.4 вторинна олія (*essential oil obtained from distillate*)

Олія, яку видаляють з дистиляційних вод за методом сорбції—десорбції

3.5 первинні терпенові спирти (*the primary terpene's alcohols*)

Хімічні сполуки, які належать до класу первинних терпенових спиртів (цитронелол — $C_{10}H_{20}O$; нерол — $C_{10}H_{18}O$; гераніол — $C_{15}H_{26}O$) та входять до складу трояндової ефірної олії

3.6 стеароптени (*paraffin*)

Хімічні сполуки, які належать до класу терпенових вуглеводнів (парафінів), що складаються з 17, 19 та 21 атомів вуглецю.

4 ЗАГАЛЬНІ ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

4.1 Трояндова ефірна олія повинна відповідати вимогам цього стандарту та вироблятися за технологічним регламентом або інструкцією, що затверджені у встановленому порядку.

4.2 Трояндова ефірна олія за органолептичними та фізико-хімічними показниками повинна відповідати вимогам, зазначеним у таблиці 1.

Таблиця 1 — Органолептичні та фізико-хімічні показники трояндової ефірної олії

Назва показника	Характеристика та норма	Метод контролювання
Зовнішній вигляд	Густа, за температури 30 °С прозора рідина	ДСТУ 2729
Колір	Від світло-жовтого до світло-коричнюватого	ДСТУ 2729
Запах	Характерний, такий, що відповідає запаху квіток троянди	ДСТУ 2729
Смак	Гіркуватий	ДСТУ 2729
Відносна густина за температури 30 °С	Від 0,950 до 0,990	ГОСТ 14618.10 чи ДСТУ ISO 279
Показник заломлювання за температури 30 °С	Від 1,4800 до 1,5200	ГОСТ 14618.10 чи ДСТУ ISO 280
Кислотне число, мг КОН/г, не більше ніж	7,0	ДСТУ 2728
Масова частка води та етилового спирту, %, не більше ніж	4,0	ГОСТ 14618.6 чи 10.3
Масова частка загальних спиртів у перерахунку на молярну масу 122,0 г/моль, %	Від 75,0 до 88,0	ГОСТ 14618.8 чи 10.3
Масова частка терпенових спиртів у перерахунку на молярну масу 154,2 г/моль, не менше ніж	8,0	10.3 чи 10.4
Масова частка стеароптенів, %	Від 2,0 до 7,0	10.3

4.3 Хроматографічний профіль згідно з ДСТУ ISO 11024 наведено у додатку А тільки для інформації.

5 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

5.1 Вимоги безпеки — згідно з ДСанПіН 2.2.9.027 [1].

5.2 За своїми токсичними властивостями трояндова ефірна олія належить до 4-го класу небезпеки згідно з ГОСТ 12.1.007— до малотоксичних та малонебезпечних речовин.

5.3 За класом небезпечних вантажів згідно з ГОСТ 19433 трояндова ефірна олія належить до класу небезпеки 9, підкласу 9.1.

5.4 У разі загоряння трояндової ефірної олії необхідно застосовувати піну хімічну або повітряно-механічну, водяну пару, інертні гази (температура спалаху трояндової ефірної олії + 52 °C) [2].

6 ВИМОГИ ОХОРОНИ ДОВКІЛЛЯ

6.1 Контролювання за дотриманням норм викидів шкідливих речовин в атмосферу — згідно з ГОСТ 17.2.3.02 і СанПіН 4946 [3].

6.2 Охорона ґрунту від забрудненості побутовими і виробничими відходами — згідно з СанПіН 42-126-4690 [4].

6.3 Охорона атмосферного повітря від забруднення — згідно з ДСП 201 [5].

6.4 Охорона поверхневих вод від забруднення — згідно з СанПіН 4630 [6].

7 МАРКУВАННЯ

Маркування трояндової ефірної олії — згідно з ГОСТ 9069 з позначенням умов зберігання та терміну придатності.

8 ПАКУВАННЯ

Пакування трояндової ефірної олії — згідно з ГОСТ 9069. Умовні позначки виду тари, що використовують: 1, 2, 3, 6.

9 ПРАВИЛА ТРАНСПОРТУВАННЯ ТА ЗБЕРІГАННЯ

9.1 Транспортування та зберігання трояндової ефірної олії — згідно з ГОСТ 9069.

9.2 Виробник гарантує відповідність якості трояндової ефірної олії вимогам цього стандарту в разі дотримання правил транспортування та умов зберігання.

9.3 Гарантійний термін зберігання трояндової ефірної олії — 24 міс. з дати виготовлення.

10 МЕТОДИ КОНТРОЛЮВАННЯ

10.1 Відбирання проб

Відбирання проб трояндової ефірної олії здійснюють згідно з ДСТУ ISO 212 або згідно з ДСТУ 2729 розділ 4 (температура води у водяній бані для розігрівання олії (40 ÷ 50) °C). Маса середньої проби повинна бути не менше ніж 30 г.

10.2 Методи контролювання органолептичних та фізико-хімічних показників — відповідно до 4.2.

10.3 Визначання масової частки загальних та первинних терпенових спиртів, стеароптенів, води та етилового спирту газохроматографічним методом

10.3.1 Суть методу

Метод полягає у хроматографічному розділянні олії, що досліджують, на компоненти, масову частку яких розраховують шляхом нормалізації згідно з ГОСТ 14618.5.

10.3.2 Засоби та допоміжні пристрої

Хроматограф газовий з полуменево-іонізаційним детектором — згідно з чинним нормативним документом.

Колонка насадкова з неіржавкої сталі або скла завдовжки від 200 см до 300 см, з внутрішнім діаметром 0,3 см — згідно з чинним нормативним документом.

Колонка капілярна кварцова завдовжки 5000 см, із внутрішнім діаметром $3,2 \cdot 10^{-2}$ см — згідно з чинним нормативним документом.

Мікрошприц типу МШ-1 чи газохром-101 місткістю $1 \cdot 10^{-3}$ см³ (1 мкл) з ціною поділки $0,02 \cdot 10^{-3}$ (0,02 мкл) — згідно з чинним нормативним документом.

Лінійка вимірювальна металева — згідно з ГОСТ 427.

Лупа вимірювальна — згідно з ГОСТ 25706 або **інтегратор будь-якого типу**.

Ваги лабораторні загального призначення 2-го і 4-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г і 500 г — згідно з ГОСТ 24104.

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

Термометр скляний, діапазон вимірювання температури якого від 0 °С до 150 °С і ціна поділки 1 °С — згідно з ГОСТ 28498.

Витратовимірювач пінний будь-якого типу.

Піч муфельна з діапазоном автоматичного регулювання температури від 550 °С до 1000 °С — згідно з чинним нормативним документом.

Сушильна шафа з діапазоном регулювання температури в робочій камері від 50 °С до 150 °С — згідно з чинним нормативним документом.

Піпетки 1-2-5 — згідно з ГОСТ 29227.

Циліндр 1-100 — згідно з ГОСТ 1770.

Колби К_н-2-250-29/32 ХС, К_н-2-100-29/32 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

Баня водяна чи колбонагрівач будь-якого типу.

Повітря технічне — згідно з ГОСТ 17433 чи таке, що подає компресор.

Водень технічний марки А — згідно з ГОСТ 3022 чи **аналітичний**, що виробляє генератор водню типу СГС-2.

Газ-носіє азот, що стиснуто у балоні, — згідно з ГОСТ 9293 або **гелій газоподібний** вищої очистки 99,0 % — 99,5 % — згідно з чинним нормативним документом [7].

Носій твердий-хроматон N-AW-DMCS, розмір часток (0,20 ± 0,25) мм або від 60 меш до 80 меш, — згідно з чинним нормативним документом.

Нерухлива фаза: ПЕГ-20М або ПЕГ-40М — згідно з чинним нормативним документом.

Хлороформ — згідно з ГОСТ 20015.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом [8].

Ацетон — згідно з ГОСТ 2603.

Гексан — згідно з чинним нормативним документом [9].

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221.

Вода дистильована (рН 7) — згідно з ГОСТ 6709.

Універсальний індикаторний папір — згідно з чинним нормативним документом [10].

Дозволено використовувати інші засоби вимірювання з аналогічними чи кращими технічними та метрологічними характеристиками, а також реактиви, за якістю не гірші зазначених. Усі засоби вимірювання повинні бути перевірені.

10.3.3 Правила готування

10.3.3.1 Готування сорбенту

Твердий носій (хроматон) заливають концентрованою соляною кислотою. Через (1,0—2,0) год носій відмивають спочатку водопровідною, а потім дистильованою водою до рН 7. Контроль водневого показника здійснюють за допомогою індикаторного паперу.

Після промивання носій сушать у сушильній шафі за температури (140 ÷ 150) °С від 2,5 год до 3,0 год, а потім прожарюють у муфельній печі за температури (850 ÷ 900) °С протягом (5,0—6,0) год.

Нерухливу фазу (НФ) наносять таким чином: носій масою від 7,00 г до 8,00 г засипають у круглодонну колбу місткістю 250 см³ та підігрівають на водяній бані з температурою води від 45 °С до 50 °С протягом 10 хв. НФ у кількості від 0,35 г до 0,40 г зважують у колбі місткістю

100 см³ і розчиняють у (60—70) см³ хлороформу. Зважування проводять, записуючи результат до другого десяткового знака. Розчин НФ доливають до твердого носія. Розчинник випарюють за допомогою колбонагрівача чи водяної бані з температурою води від 90 °С до 95 °С за умови безперервного обертання колби у нахиленому положенні.

Готовий сорбент повинен бути сипучим та не мати грудок.

10.3.3.2 Готування колонки

Колонку перед заповненням сорбентом промивають послідовно водним розчином соляної кислоти з масовою часткою кислоти 10 %, водопровідною, дистильованою водою до нейтральної реакції за індикаторним папером (рН 7), потім хлороформом, гексаном і ацетоном. Після промивання колонку сушать, пропускаючи через неї струмінь сухого повітря протягом однієї години.

Заповнення колонки сорбентом здійснюють згідно з ГОСТ 14618.5.

Заповнену колонку закріплюють у термостаті хроматографа, не приєднуючи до детектора. Підвищують температуру термостата зі швидкістю 1 °С/хв від 35 °С до (170 ± 5) °С та витримують протягом 3 год. Потім температуру знижують до (150 ± 5) °С і продувають потоком газу-носія з витратою від 10 см³/хв до 15 см³/хв від 3,0 год до 4,0 год. Підготовлену таким чином колонку приєднують до детектора і перевіряють стабільність нульової лінії.

Монтування, налагоджування та введення хроматографа у робочий режим здійснюють згідно з інструкцією до приладу.

10.3.3.3 Умови хроматографування наведені у таблиці 2.

Таблиця 2 — Умови хроматографування на різних колонках

Хроматографічна колонка	
Насадкова полярна	Капілярна полярна
Колонка сталева завдовжки (200—300) см, діаметром 0,3 см	Колонка кварцова завдовжки 5000 см, діаметром 3,2·10 ⁻² см
Нерухлива фаза: ПЕГ-20М або ПЕГ-40М ((3—5) % від маси твердого носія)	Нерухлива фаза — ПЕГ-20М
Температура термостата: програмування температури від 110 °С до 170 °С зі швидкістю 2 °С/хв	Температура термостата: програмування температури від 90 °С до 145 °С зі швидкістю 2 °С/хв
Температура випарника 200 °С	Температура випарника 200 °С
Температура детекторного блоку 220 °С	Температура детектора 210 °С
Детектор полуменево-іонізаційний	Детектор полуменево-іонізаційний
Швидкість потоку газу-носія 40 см ³ /хв.	Газ-носіє азот, тиск на вході у колонку 300 кПа. Розподіл потоку 1/20.

10.3.4 Методика та правила проведення

Пробу ефірної олії вводять у випарник хроматографа мікрошприцом шляхом проколювання гумової прокладки, що самоущільнюється.

Типові хроматограми трояндової ефірної олії наведено у додатку Б.

10.3.5 Правила опрацювання результатів

10.3.5.1 Масову частку загальних спиртів C_c у відсотках обчислюють за формулою:

$$C_c = \frac{S_c + S_n + S_r + S_{\phi}}{\sum_{i=1}^n S_i} \cdot 100, \quad (1)$$

де S_c, S_n, S_r, S_{ϕ} — площі піків цитронелолу, неролу, гераніолу та β -фенілетилового спирту, мм²;

$\sum_{i=1}^n S_i$ — сума площ піків усіх компонентів ефірної олії, мм².

10.3.5.2 Масову частку терпенових спиртів C_{TC} у відсотках обчислюють за формулою:

$$C_{TC} = \frac{S_{\text{ц}} + S_{\text{н}} + S_{\text{г}}}{\sum_{i=1}^n S_i} \cdot 100, \quad (2)$$

де $S_{\text{ц}}$, $S_{\text{н}}$, $S_{\text{г}}$ — площі піків цитронелолу, неролу та гераніолу, мм².

10.3.5.3 Масову частку стеароптенів C_{CT} у відсотках обчислюють за формулою:

$$C_{CT} = \frac{S_{CT}}{\sum_{i=1}^n S_i} \cdot 100, \quad (3)$$

де S_{CT} — площа піка стеароптену, мм².

10.3.5.4 Масову частку води та етилового спирту C_{B+EC} у відсотках обчислюють за формулою:

$$C_{B+EC} = \frac{S_1}{\sum_{i=1}^n S_i} \cdot 100, \quad (4)$$

де S_1 — площа піка води та етилового спирту, мм².

10.3.5.5 Площу піка S у квадратних міліметрах обчислюють за формулою:

$$S = h \cdot d_{0,5}, \quad (5)$$

де h — висота піка, мм;

$d_{0,5}$ — ширина піка, яку вимірюють на половині його висоти, мм.

10.3.6 Правила оформлювання результатів

Обчислювання проводять із точністю до другого десяткового знака з наступним округленням до першого знака. Результат записують у робочому журналі, який заповнюють у вільній формі.

10.3.7 Допустима похибка

За результат вимірювання беруть середнє арифметичне з двох результатів паралельних визначань, розходження між якими (збіжність вимірювань) не повинно перевищувати 0,3 % для насадкової колонки та 0,25 % для капілярної колонки. Абсолютна похибка результату вимірювання за довірчої ймовірності $P = 0,95$ не повинна перевищувати значень, які наведено у таблиці 3.

Таблиця 3 — Величина абсолютної похибки результату вимірювання

У відсотках

Назва показника, діапазон вимірювання	На насадковій колонці	На капілярній колонці
Масова частка води + етиловий спирт — від 0,5 до 4,0 включ.	± 0,3	± 0,25
Масова частка загальних спиртів — від 75,0 до 88,0 включ.	± 1,5	± 1,0
Масова частка терпенових спиртів — від 8,0 до 25,0 включ.	± 1,0	± 0,5
Масова частка стеароптенів — від 2,0 до 7,0 включ.	± 0,5	± 0,25

10.4 Визначання масової частки терпенових спиртів хімічним методом

10.4.1 Суть методу

Метод полягає у відділянні первинної олії з наважки трояндової олії методом дистиляції з водяною парою за допомогою удосконаленої установки Гінзберга та визначання кількості терпенових спиртів у виділеній первинній олії ацетилюванням у піридині, розраховуючи їх масову частку на початкову наважку олії.

10.4.2 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 ГОСТ 7328.

Колба П-1-2000-45/40 ТХС — згідно з ГОСТ 25336.

Колба П-1-100(250)-29/32 ТХС або К_н 1-100(250)-29/32 ТХС — згідно з ГОСТ 25336 і пришліфованою пробкою.

Дефлегматор 250(300)-19/26-29/32 ТС — згідно з ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-3-300 ХС — згідно з ГОСТ 25336.

Бюретка 1-2-25(50)-0,1 — згідно з ГОСТ 29227.

Піпетка 1(2,3)-1-1(2) — згідно з ГОСТ 29227.

Циліндр 1(3)-25(50) та 1(2)-1000 — згідно з ГОСТ 1770.

Шприц медичний будь-якого типу місткістю 2 см³ з голкою для вливання у вену — згідно з чинним нормативним документом.

Піпетка автоматична місткістю 5 см³ та 20 см³ або **дозатор** — згідно з чинним нормативним документом.

Піпетка з відтягнутим капілярним носиком.

Термометр рідинний скляний, діапазон вимірювання температур якого від 0 °С до 100 °С і ціна поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498.

Секундомір будь-якого типу — згідно з чинним нормативним документом.

Плитка електрична — згідно з ГОСТ 14919.

Пробка коркова — згідно з ГОСТ 5541.

Прокладка азбестова.

Ангідрид оцтовий — згідно з ГОСТ 5815 або ГОСТ 21039, свіжоперегнаний з температурою кипіння (136—138) °С.

Піридин чистий — згідно з ГОСТ 13647, свіжоперегнаний з температурою кипіння (114—116) °С.

Натрію гідроксид — згідно з ГОСТ 4328, розчин молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³.

Фенолфталеїн (індикатор) — згідно з чинним нормативним документом, спиртовий розчин із масовою часткою фенолфталеїну 1,0 %.

Толуол — згідно з ГОСТ 5789, ч.д.а.

Сульфат натрію безводний — згідно з ГОСТ 4166.

Вода дистильована рН 5—7 — згідно з ГОСТ 6709.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221.

Дозволено використовувати інші засоби вимірювання з аналогічними чи кращими технічними та метрологічними характеристиками, а також реактиви, за якістю не гірші зазначених. Усі засоби вимірювання повинні бути перевірені.

10.4.3 Правила готування

10.4.3.1 Готування зразка

Зразок олії перед зважуванням нагрівають на водяній бані з температурою води (40 ÷ 50) °С до досягнення однорідного стану.

10.4.3.2 Готування розчинів

10.4.3.2.1 Розчин гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,5$ моль/дм³ готують згідно з ГОСТ 25794.1, розділ 2.2. Коефіцієнт поправки встановлюють у день використання розчину.

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

10.4.3.2.3 Суміш для ацетилювання готують згідно з ГОСТ 14618.8, розділ 2.

10.4.3.3 Готування трубки

Розширену трубку для розташування приймача Гінзберга виготовляють згідно з рисунком В.1.

10.4.4 Методика та правила проведення

10.4.4.1 Правила відділення терпенової частини трояндової олії (первинної олії)

У шприц набирають (1,1—1,2) см³ олії, що її аналізують, та зважують. Переносять олію у колбу для перегонки і зважують порожній шприц. Усі результати зважування у грамах записують із точністю до четвертого десяткового знака. За різницею між результатами двох зважувань розраховують початкову наважку трояндової ефірної олії.

У колбу додають 1 дм³ дистильованої води та збирають установку згідно з рисунком В.1. Заповнений водою приймач Гінзберга розташовують у розширеній частині трубки, підвішуючи його ниткою. Косо зрізаний край форштоса холодильника повинен торкатися вінця лійки приймача.

Уміст колби доводять до кипіння, початок перегонки встановлюють із моменту появи перших крапель дистилату. Переганяють зі швидкістю (50—60) крапель за хвилину, регулюючи ступінь нагрівання шаром азбестової прокладки між колбою та плиткою. Тривалість перегонки 60 хв.

За п'ять хвилин до кінця перегонки припиняють подавання води у холодильник для його прогрівання та переміщення крапель олії зі стінок холодильника у приймач. Після цього вимикають плитку, дають установці охолонути до температури навколишнього середовища та знімають приймач із первинною олією.

10.4.4.2 Правила ацетилювання

У приймач з олією обережно додають піпеткою 1 см³ толуолу, після цього у толуоловий розчин, що отримали, вносять 0,1 г прожареного сульфату натрію. Осушений таким чином толуоловий розчин олії переносять за допомогою піпетки з відтягнутим носиком у колбу для ацетилювання місткістю (100—250) см³.

До толуолового розчину доливають 5 см³ суміші для ацетилювання, використовуючи автоматичну піпетку. Колбу закривають пришліфованою пробкою та залишають на одну годину за кімнатної температури. Після закінчення означеного часу в колбу доливають циліндром 20 см³ води за температури (50 ± 60) °С і перемішують вміст. Автоматичною піпеткою додають 20 см³ розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ і титрують цим розчином у присутності (2—3) крапель розчину фенолфталеїну до появи рожевого забарвлення, що не зникає протягом 30 с.

Паралельно проводять контрольний дослід у тих самих умовах, із тими самими реактивами, але без толуолового розчину олії.

Результат вимірювання об'єму, що витрачено на титрування, записують із точністю до другого десяткового знака.

10.4.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку терпенових спиртів X у відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \cdot M}{20 \cdot m}, \quad (6)$$

де V_0 — об'єм розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$, що витрачено на титрування оцтової кислоти у контрольному досліді, см³;

V_1 — об'єм розчину гідроксиду натрію молярної концентрації $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$, що витрачено на титрування оцтової кислоти у робочому досліді, см³;

M — відносна молярна маса гераніолу, що дорівнює 154,2;

m — маса наважки трояндової олії, що була взята для вимірювання, г.

10.4.6 Правила оформлювання результатів

Обчислювання проводять із точністю до другого десяткового знака з наступним округленням до першого десяткового знака. Результат записують у робочому журналі, який заповнюють у вільній формі.

10.4.7 Допустима похибка

За результат вимірювання беруть середнє арифметичне з двох результатів паралельних визначень, розходження між якими (збіжність вимірювань) не повинно перевищувати 1,0 %. Абсолютна похибка результату вимірювання за довірчої ймовірності $P = 0,95$ не повинна перевищувати 1,5 %.

10.5 Визначання масової частки стеароптенів ваговим методом

10.5.1 Суть методу

Метод полягає у відділянні стеароптенів зі спиртового розчину трояндової ефірної олії виморожуванням за температури від мінус 12 °С до мінус 14 °С з наступним їх відділенням фільтруванням та зважуванням.

10.5.2 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.

Колба П-1-250-29/32 ТХС — згідно з ГОСТ 25336.

Лійка скляна ВФ-1-100 ХС — згідно з ГОСТ 25336.

Циліндр 1(3)-100 — згідно з ГОСТ 1770.

Термометр рідинний, діапазон вимірювання температур якого від 0 °С до 100 °С і ціна поділки 0,1 °С — згідно з ГОСТ 28498.

Холодильна камера будь-якого типу, що забезпечує утворення льоду з води.

Шприц медичний будь-якого типу місткістю 5 см³ з голкою для внутрішнього вливання у вену — згідно з чинним нормативним документом.

Баня водяна будь-якого типу — згідно з чинним нормативним документом.

Ексикатор — згідно з ГОСТ 25336.

Фільтр знезолений, паперовий — згідно з чинним нормативним документом.

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221.

Дозволено використовувати інші засоби вимірювання з аналогічними чи кращими технічними та метрологічними характеристиками, а також реактиви, за якістю не гірші зазначених. Усі засоби вимірювання повинні бути перевірені.

10.5.3 Правила готування

10.5.3.1 Готування водно-спиртового розчину

Готування водно-спиртового розчину концентрацією 75 % (за об'ємом) проводять згідно з ДСТУ ISO 875.

10.5.3.2 Готування зразка

Зразок, що аналізують, готують відповідно до 10.4.3.1 цього стандарту.

10.5.4 Методика та правила проведення

Наважку трояндової ефірної олії масою $(5,00 \pm 0,01)$ г зважують у колбі. Результат зважування в грамах записують із точністю до четвертого десяткового знака. У колбу додають 50 см³ водно-спиртового розчину та підігрівають вміст на водяній бані з температурою води $(70 \div 80)$ °С до повного розчинення олії.

Після цього колбу вміщують у суміш льоду з водою, охолоджуючи вміст до $(0 \pm 0,5)$ °С. Осад, що випав, фільтрують через заздалегідь висушений до постійної маси фільтр. Осад на фільтрі промивають 100 см³ водно-спиртового розчину, охолодженого до $(0 \pm 0,5)$ °С. Фільтр з осадом висушують в ексикаторі за температури (20 ± 5) °С до постійної маси. Різниця між двома послідовними зважуваннями не повинна бути більше ніж 0,005 г.

10.5.5 Правила опрацювання результатів

Масову частку стеароптенів X_1 у відсотках обчислюють за формулою:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \cdot 100, \quad (7)$$

де m_2 — маса фільтра з осадом, г;

m_1 — маса фільтра, г;

m — маса наважки олії, що випробовують, г.

10.5.6 Правила оформлювання результатів

Обчислювання проводять із точністю до другого десяткового знака з наступним округленням результату до першого десяткового знака. Результат записують у робочому журналі, який заповнюють у вільній формі.

10.5.7 Допустима похибка

За результат вимірювання беруть середнє арифметичне з двох результатів паралельних визначень, розходження між якими (збіжність вимірювань) не повинно перевищувати 0,5 %. Абсолютна похибка результату вимірювання за довірчої ймовірності $P = 0,95$ не повинна перевищувати 1,0 %.

11 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

Трояндову ефірну олію приймають згідно з ДСТУ 2729, розділ 3.

ДОДАТОК А
(довідковий)**ХРОМАТОГРАФІЧНИЙ ПРОФІЛЬ ТРОЯНДОВОЇ ЕФІРНОЇ ОЛІЇ**

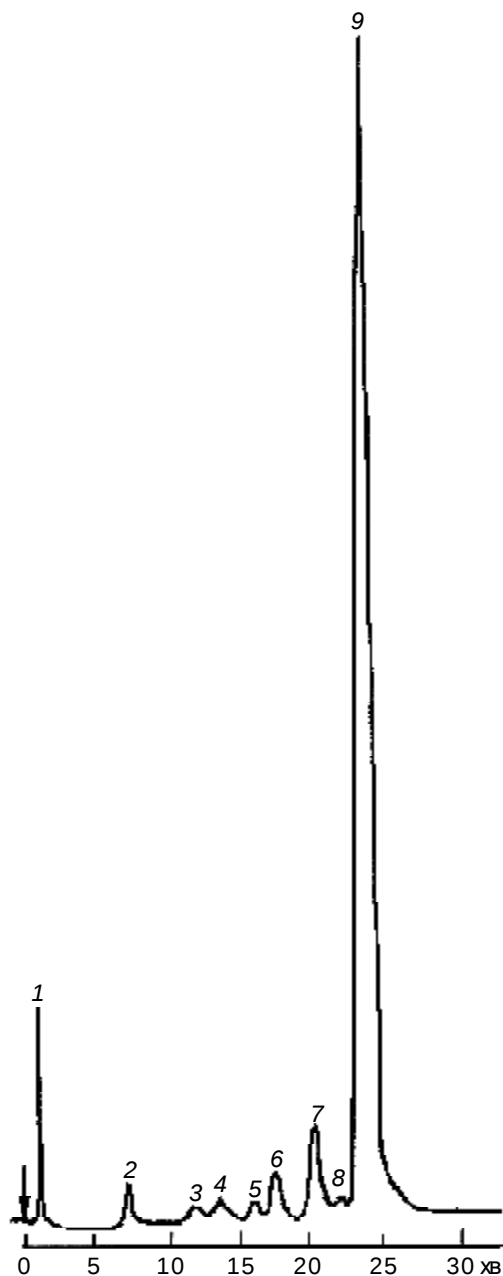
Хроматографічний профіль трояндової ефірної олії наведено тільки для інформації у таблиці А.1. Хроматографічний профіль складено згідно з ДСТУ ISO 11024-1 на підставі хроматографічного аналізування на насадковій колонці зразків трояндової ефірної олії, що виготовлені за останні 10 років. Профіль відбиває кількісну характеристику олії за характерними складовими. Кожну зі складових розраховано за методом внутрішньої нормалізації згідно з ГОСТ 14618.5. Компонентний склад ефірної олії визначають на вимогу споживача.

Таблиця А.1 — Хроматографічний профіль трояндової ефірної олії

Компоненти	Мінімум, %	Максимум, %
етиловий спирт + вода	0,5	4,0
ліналоол	1,0	4,0
цитронелол	1,0	4,5
нерол	1,5	6,0
гераніол	2,0	13,0
β -фенілетиловий спирт	64,0	86,0
стеароптени	2,0	7,0

ДОДАТОК Б
(довідковий)

ТИПОВІ ХРОМАТОГРАМИ ТРОЯНДОВОЇ ЕФІРНОЇ ОЛІЇ



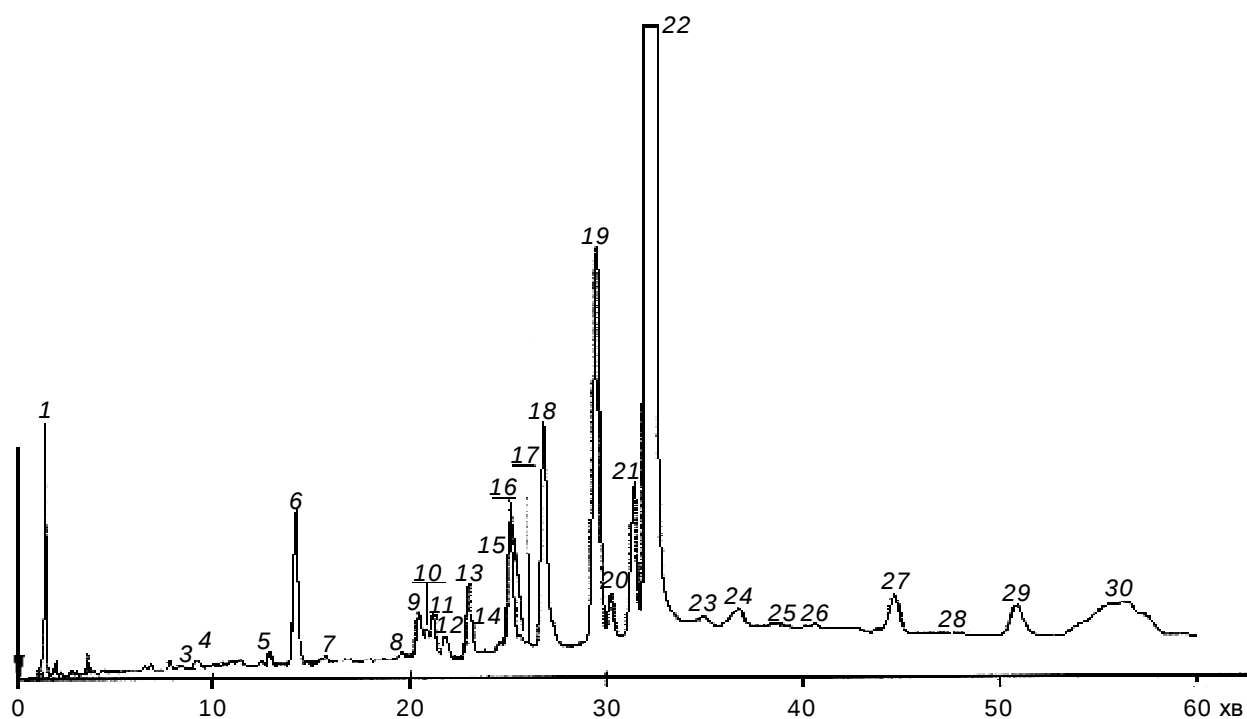
Ідентифіковані піки

- 1 — вода + етиловий спирт;
- 2 — ліналоол;
- 5 — цитронелол;
- 6 — нерол;
- 7 — гераніол;
- 8 — стеароптен;
- 9 — β -фенілетилловий спирт.

Умови хроматографування

Колонка сталева завдовжки 300 см, внутрішнім діаметром 0,3 см.
 Твердий носій хроматон N—AW- DMCS (60—80) меш.
 Нерухлива фаза: ПЕГ-20 М (3 % від маси твердого носія).
 Температура термостата: програмування температури
 від 110 °C до 170 °C зі швидкістю 2 °C/хв.
 Температура випарника 200 °C.
 Температура детекторного блока 220 °C.
 Детектор полум'яно-іонізаційний.
 Швидкість потоку газу-носія 40 см³/хв.

Рисунок Б.1 — Типова хроматограма трояндової ефірної олії на насадковій полярній колонці

**Ідентифіковані піки**

- 1 — вода + етиловий спирт;
- 6 — ліналоол;
- 16 — цитронелол;
- 18 — нерол;
- 19 — гераніол;
- 22 — β -фенілетиловий спирт.

Умови хроматографування

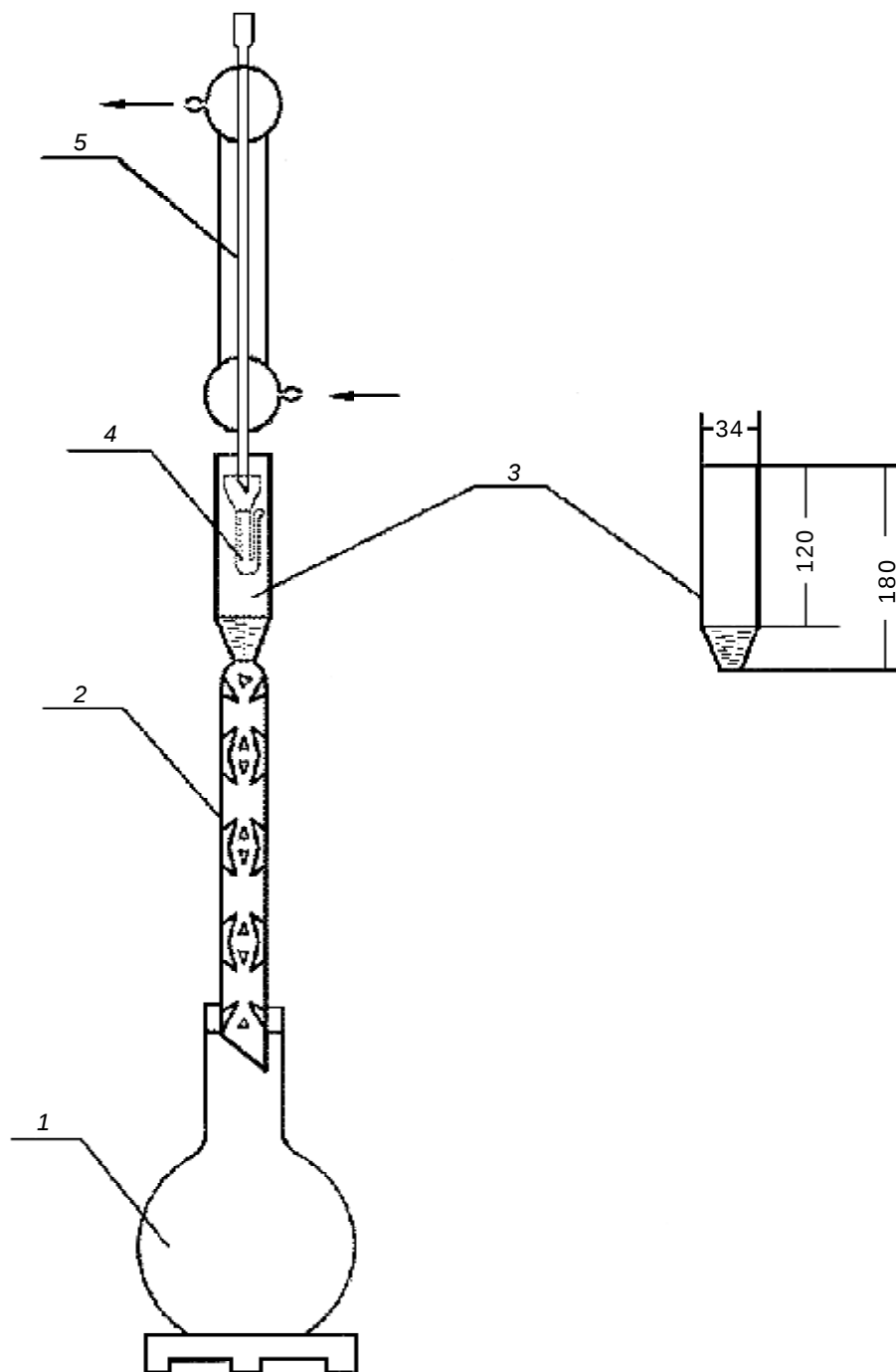
Колонка кварцова завдовжки 5000 см, діаметром $3,2 \cdot 10^{-2}$ см.
 Нерухлива фаза – ПЕГ -20М.
 Температура термостата від 90 °С до 145 °С зі швидкістю 2 °С/хв.
 Температура випарника 200 °С.
 Температура детектора 210 °С.
 Газ-носії азот, тиск на вході у колонку 300 кПа.
 Розподіл потоку 1/20.
 Детектор полум'яно-іонізаційний.

Рисунок Б.2 — Типова хроматограма трояндової ефірної олії
 на капілярній полярній колонці

ДОДАТОК В
(довідковий)

ЗОБРАЖЕННЯ УДОСКОНАЛЕНОЇ УСТАНОВКИ ГІНЗБЕРГА

Розміри у міліметрах



1 — перегінна колба; 2 — дефлегматор; 3 — розширена трубка для розташування приймача; 4 — приймач Гінзберга; 5 — холодильник.

Рисунок В.1 — Удосконалена установка Гінзберга для відділення терпенової частини трояндової ефірної олії

ДОДАТОК Г
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 ДСанПіН 2.2.9.027–99 Державні санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості
- 2 Справочные таблицы пожароопасных веществ, встречающихся в парфюмерно-косметической отрасли. — Калуга: Калужский филиал ВНИИСНДВ, 1982. — С. 36 (Довідкові таблиці пожежонебезпечних речовин, що використовуються у парфумерно-косметичній галузі)
- 3 СанПиН 4946–89 Санитарные правила по охране атмосферного воздуха и населенных мест (Санітарні правила з охорони атмосферного повітря та населених місць)
- 4 СанПиН 42-126-4690–88 Санитарные правила по охране почвы от загрязнения промышленными предприятиями и бытовыми отходами (Санітарні правила з охорони ґрунту від забруднення промисловими підприємствами та побутовими відходами)
- 5 ДСП 201–97 Державні санітарні правила по охороні атмосферного повітря населених місць (від забруднення біологічними і хімічними речовинами)
- 6 СанПиН 4630–88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения (Санітарні правила та норми охорони поверхневих вод від забруднення)
- 7 ТУ 51-940–70 Гелий газообразный (сжатый) (Гелій газоподібний (стиснений))
- 8 ТУ 6-01-5743167-93–88 Кислота соляная техническая. Технические условия (Кислота соляна технічна. Технічні умови)
- 9 ТУ 6-09-3375–78 Гексан. Технические условия (Гексан. Технічні умови)
- 10 ТУ 6-08-1181–71 Бумага универсальная индикаторная (Папір універсальний індикаторний).

Код УКНД 71.100.60

Ключові слова: вторинна олія, гідродистиляція, нормалізація, первинна олія, стеароптени, терпенові спирти, трояндова ефірна олія, хроматограма, хроматографічний профіль.

Редактор **О. Чихман**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **О. Ніколаєнко**
Верстальник **Т. Шишкіна**

Підписано до друку 21.01.2008. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. 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