



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ОЛІЯ ЕФІРНА ДЕРЕВІЮ ЗВИЧАЙНОГО

Технічні умови

ДСТУ 5057:2008

Видання офіційне

БЗ № 8-2008/469

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2010

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Південний філіал Національного університету біоресурсів і природокористування України «Кримський агротехнологічний університет» (ПФНУБіП України «КАТУ»), Інститут ефіро-олійних та лікарських рослин УААН

РОЗРОБНИКИ: **Н. Богатюк; Н. Глумова**, канд. біол. наук; **І. Данилова; Є. Ніколаєв; Н. Сажина; А. Саплєв**, канд. с.-г. наук; **Л. Тімашева**, канд. с.-г. наук; **Г. Чірній; В. Шляпников**, д-р техн. наук (науковий керівник)

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 8 серпня 2008 р. № 274

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, 2010

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	3
4 Технічні вимоги	3
5 Вимоги щодо безпеки	4
6 Вимоги щодо охорони довкілля	4
7 Маркування	5
8 Пакування	5
9 Правила транспортування та зберігання	5
10 Методи контролювання	5
11 Правила приймання	9
12 Гарантії виробника	9
Додаток А Типова хроматограма ефірної олії деревію звичайного	10
Додаток Б Калібрувальний графік	12
Додаток В Бібліографія	13

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ОЛІЯ ЕФІРНА ДЕРЕВІЮ ЗВИЧАЙНОГО

Технічні умови

МАСЛО ЭФИРНОЕ ТЫСЯЧЕЛИСТНИКА ОБЫКНОВЕННОГО

Технические условия

ESSENTIAL OIL OF YARROW

Specifications

Чинний від 2009-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

1.1 Цей стандарт поширюється на олію ефірну деревію звичайного (*Achillea millefolium* L.) для переробних галузей харчової, парфумерно-косметичної промисловості, медицини і встановлює вимоги щодо оцінювання якості.

1.2 Вимоги щодо безпечності продукції викладено у розділах 5 та 6.

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 427:2009 Лінійки вимірювальні металеві. Технічні умови

ДСТУ ГОСТ 7328:2003 Гирі. Загальні технічні умови

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 змішуваності з етанолом

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования (ССБП. Пожежна безпека. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП. Загальні санітарно-гігієнічні вимоги щодо повітря робочої зони)

ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования (ССБП. Вибухобезпечність. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.018-93 ССБТ. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования (ССБП. Пожежовибухобезпечність статичної електрики. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.1.044–89 Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения (Пожежовибухобезпечність речовин і матеріалів. Номенклатура показників і методи їх визначання)

ГОСТ 12.2.003–91 ССБТ Оборудование производственное. Общие требования безопасности (Устаткування виробниче. Загальні вимоги щодо безпеки)

ГОСТ 12.4.013–85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия (ССБП. Окуляри захисні. Загальні технічні умови)

ГОСТ 12.4.021–75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования (ССБП. Системы вентиляційні. Загальні вимоги)

ГОСТ 12.4.124–83 ССБТ. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования (ССБП. Засоби захисту від статичної електрики. Загальні технічні вимоги)

ГОСТ 12.4.131–83 Халаты женские. Технические условия (Халати жіночі. Технічні умови)

ГОСТ 12.4.132–83 Халаты мужские. Технические условия (Халати чоловічі. Технічні умови)

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия (Посуд мірний лабораторний скляний. Циліндри, мензурки, колби, пробірки. Технічні умови)

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

ГОСТ 2874–82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством (Вода питна. Гігієнічні вимоги та контролювання якості)

ГОСТ 3022–80 Водород технический. Технические условия (Водень технічний. 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 їхнього 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 14618.5–78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа (Олії ефірні, речовини запашні та напівпродукти їхнього 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 їхнього синтезу. Методи визначання води)

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

ГОСТ 14618.11–78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения растворимости, летучих веществ и примесей (Олії ефірні, речовини запашні та напівпродукти їхнього синтезу. Методи визначання розчинності, летких речовин та домішок)

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

ГОСТ 20010–93 Перчатки резиновые технические. Технические условия (Рукавички гумові технічні. Технічні умови)

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

ГОСТ 20292–74 Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия (Прилади мірні лабораторні скляні. Бюретки, піпетки. Технічні умови)

ГОСТ 24104–88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия (Ваги лабораторні загального призначення 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 25706–83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования (Лупы. Типы, основні параметри. Загальні технічні вимоги)

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

Хроматографічні терміни — згідно з ДСТУ 3985.

Нижче подано термін, вжитий у цьому стандарті, та визначення позначеного ним поняття:

3.1 ефірна олія деревію звичайного (*oil of yarrow*)

Олія, яку отримують методом парової дистиляції з рослин деревію звичайного (*Achillea millefolium* L.) родини Айстрових (*Asteraceae*) у фазі цвітіння.

4 ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

4.1 Ефірна олія деревію звичайного (далі — деревію) повинна відповідати вимогам цього стандарту, і її треба виробляти згідно з технологічним регламентом або інструкцією, затвердженими в установленому порядку.

4.2 Ефірна олія деревію за органолептичними та фізико-хімічними показниками повинна відповідати вимогам, наведеним у таблиці 1.

Таблица 1 — Органолептичні та фізико-хімічні показники

Назва показника	Характеристика та норма	Метод контролювання
Зовнішній вигляд	Легкорухлива рідина	ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145)
Колір	Від синього до темно-синього	ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145)
Запах	Характерний, бальзамічний, що відповідає запаху квітів деревію	ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145)
Відносна густина за температури 20 °C	Від 0,900 до 0,930	ГОСТ 14618.10 або ДСТУ ISO 279
Показник заломлювання за температури 20 °C	Від 1,5410 до 1,5460	ГОСТ 14618.10 або ДСТУ ISO 280
Кислотне число, мг КОН/г, не більше ніж	6,0	ДСТУ 2728 (ГОСТ 30143)
Масова частка хамазулену, %, не менше ніж	20,0	10.3 чи 10.4
Розчинність у 90 % (v/v) водно-спиртовому розчині (етанолі) за температури 20 °C	Повна розчинність одного об'єму ефірної олії не більше ніж у чотирьох об'ємах етанолу	ДСТУ ISO 875 або ГОСТ 14618.11
Наявність води	Недопустимо	ГОСТ 14618.6

5 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

5.1 Ефірна олія деревію звичайного за показниками безпеки для здоров'я споживачів парфумерно-косметичних виробів повинна відповідати вимогам ДСанПіН 2.2.9.027 [1], наведеним у таблиці 2.

Таблиця 2 — Токсиколого-гігієнічні показники безпеки ефірної олії деревію звичайного

Назва показника	Норма
1 Індекс гострої токсичності у разі нанесення на шкіру, не більше ніж	0
2 Індекс гострої токсичності у разі введення в шлунок, не більше ніж	0
3 Індекс шкіро-подразнювальної дії, не більше ніж	0

5.2 У виробничих умовах небезпечним чинником для здоров'я працівників є пил рослинного походження, який може спричиняти алергенну і фіброгенну дію. Гранично-допустима концентрація в робочій зоні (ГДК р.з.) пилу рослинного походження з домішкою діоксиду кремнію менше ніж 2 % встановлена на рівні 6 мг/м³. Орієнтовний безпечний рівень вмісту (ОБРВ) в атмосферному повітрі населених місць — на рівні 0,1 мг/м³. Вміст у повітрі робочої зони аерозолів переважно фіброгенної дії контролюють відповідно до вимог МУ 4436 [2].

Періодичність контролювання встановлюють відповідно до вимог ГОСТ 12.1.005.

5.3 Виробничі приміщення повинні бути обладнані загальнообмінною припливно-витяжною вентиляцією згідно зі СНиП 2.04.05 [3] та ГОСТ 12.4.021, забезпечені питною водою згідно з ГОСТ 2874 та каналізацією. Опалення, вентилявання та кондиціонування повітря повинні відповідати вимогам СНиП 2.04.05 [3]. Технологічне устаткування повинно відповідати вимогам СП 1042 [4] та ГОСТ 12.2.003.

5.4 Устаткування, комунікації і ємності, які застосовують для виробництва, повинні бути герметичними і заземленими від статичної електрики згідно з ГОСТ 12.1.018.

5.5 Резервуари, технологічне устаткування, трубопроводи і зливно-наливні пристрої повинні бути захищені від статичної електрики згідно з ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.4.124, ДНАОП 0.00-1.29 [5].

Захисне заземлення від статичної електрики об'єднують із заземленням електроустаткування. Величина опору заземлювального пристрою, призначеного тільки для захисту від статичної електрики, не повинна перевищувати 100 Ом.

5.6 У виробничих умовах потрібно виконувати організаційно-технічні заходи щодо забезпечення пожежної безпеки згідно з ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.010. Засоби пожежогасіння: вогнегасний порошок класу В; тонкорозпилена вода; повітряно-механічна піна; зріджений діоксид вуглецю.

5.7 Технологічні операції з виготовлення і пакування ефірної олії деревію звичайного виконують згідно з СП 1042 [4].

5.8 Виробничий персонал має бути забезпечений засобами індивідуального захисту: захисними окулярами — згідно з ГОСТ 12.4.013; гумовими рукавицями — згідно з ГОСТ 20010, халатами — згідно з ГОСТ 12.4.131 або ГОСТ 12.4.132. Під час виконання робіт з рослинною сировиною виробничий персонал має бути забезпечений респіратором згідно з чинним нормативним документом.

6 ВИМОГИ ЩОДО ОХОРОНИ ДОВКІЛЛЯ

6.1 Викиди шкідливих речовин в атмосферу контролюють згідно з вимогами ДСП 201 [6].

6.2 Ґрунт від забруднення побутовими і промисловими відходами захищають згідно з вимогами СанПіН 42-128-4690 [7].

6.3 Промислові відходи утилізують згідно з вимогами ДСанПіН 2.2.7.029 [8].

6.4 Поверхневі води від забруднення захищають згідно з вимогами СанПіН 4630 [9].

7 МАРКУВАННЯ

Маркування ефірної олії деревію — згідно з ГОСТ 9069 із зазначенням умов зберігання та терміну придатності.

8 ПАКУВАННЯ

Пакування олії деревію — згідно з ГОСТ 9069. Умовні позначки виду тари, що використовують: 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 15, 16, 17. Скляна тара повинна бути виготовлена з темного скла.

9 ПРАВИЛА ТРАНСПОРТУВАННЯ ТА ЗБЕРІГАННЯ

Транспортування та зберігання ефірної олії деревію — згідно з ГОСТ 9069.

10 МЕТОДИ КОНТРОЛЮВАННЯ

10.1 Відбирання проб

Проби ефірної олії деревію відбирають згідно з ДСТУ 2729, розділ 4 або ДСТУ ISO 212. Маса середньої проби повинна бути не менше ніж 30 г.

10.2 Методи визначання органолептичних та фізико-хімічних показників — згідно з 4.2.

10.3 Визначання масової частки хамазулену газохроматографічним методом

10.3.1 Суть методу

Метод полягає у хроматографічному розділенні досліджуваної олії на компоненти, масову частку яких розраховують методом внутрішньої нормалізації згідно з ГОСТ 14618.5.

10.3.2 Засоби та допоміжні пристрої

Хроматограф газовий з полуменево-іонізаційним детектором — 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 ДСТУ 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 рідинний скляний, діапазон вимірювання температури від 0 °С до 150 °С, ціна поділки 1 °С — згідно з ГОСТ 28498.

Піпетки 1-2-5 — згідно з ГОСТ 29227.

Циліндр 1-100 — згідно з ГОСТ 1770.

Комп'ютер із програмним забезпеченням.

Витратовимірювач пінний будь-якого типу — згідно з чинним нормативним документом.

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

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

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 — згідно з чинним нормативним документом.

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 — згідно з ГОСТ 9293 або **гелій газоподібний вищої очистки (99,0 — 99,5) %** — згідно з чинним нормативним документом [10].

Носій твердий — **Хроматон N-AW-DMCS**, розмір часток (0,20 ÷ 0,25) мм чи від 60 меш до 80 меш — згідно з чинним нормативним документом.

Нерухома фаза: ХЕ-60 (5 % від маси твердого носія) — згідно з чинним нормативним документом.

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

Колонка газохроматографічна капілярна кварцова 5000 см, внутрішній діаметр $3,2 \cdot 10^{-2}$ см з нанесеною нерухомою фазою OV-101.

Хлороформ — згідно з ГОСТ 20015.

Кислота соляна — згідно з чинним нормативним документом [11].

Ацетон — згідно з ГОСТ 2603.

Гексан згідно з чинним нормативним документом [12].

Спирт етиловий ректифікований — згідно з ДСТУ 4221.

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

Папір універсальний індикаторний — згідно з чинним нормативним документом або [13].

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

10.3.3 Правила готування

10.3.3.1 Готування сорбенту

Твердий носій (Хроматон) заливають концентрованою соляною кислотою. Через (1—2) год носій відмивають спочатку водопровідною, а потім дистильованою водою до рН 7. Контролюють водневий показник за допомогою індикаторного паперу.

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

Нерухома фаза (НФ) наносять таким чином: носій масою від 7,00 г до 8,00 г засипають у круглодонну колбу місткістю 250 см³ та підігривають 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. Зважують, 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, а потім дистильованою водою до нейтральної реакції за індикаторним папером (рН 7), потім хлороформом, гексаном і ацетоном. Після закінчення промивання колонку сушать, пропускаючи через неї струмінь сухого повітря протягом однієї години.

Заповнюють колонку сорбентом 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 протягом (3—4) год. Підготовлену таким чином колонку приєднують до детектора і перевіряють стабільність нульової лінії.

Монтують, налагоджують та вводять хроматограф у робочий режим згідно з інструкцією до приладу.

10.3.3.3 Умови вимірювання

Під час вимірювання необхідно дотримуватися умов, наведених у таблиці 3.

Таблиця 3 — Умови хроматографування ефірної олії дерев'яного звичайного на різних колонках

Колонка газохроматографічна	
Насадкова	Капілярна
Колонка сталева 300 см, внутрішній діаметр 0,3 см Твердий носій Хроматон N-AW-DMCS від 60 меш до 80 меш Нерухома фаза: ХЕ-60 (5 % від маси твердого носія) Температура термостата: програмування від 80 °С зі швидкістю 2 °С/хв до 90 °С, далі зі швидкістю 3 °С/хв до 150 °С	Колонка кварцова 5000 см, внутрішній діаметр $3,2 \cdot 10^{-2}$ см Нерухома фаза: OV-101 Температура термостата: програмування від 80 °С до 90 °С впродовж 5 хв зі швидкістю 2 °С/хв, далі від 120 °С до 180 °С зі швидкістю 4 °С/хв

Кінець таблиці 3

Колонка газохроматографічна	
Насадкова	Капілярна
Температура випарника: 230 °С Температура детектора: 240 °С Газ-носії азот, швидкість потоку 70 см ³ /хв Детектор полуменево-іонізаційний	Температура випарника: 230 °С Температура детектора: 240 °С Газ-носії азот, тиск на вході у колонку 150 кПа, ділення потоку 1/37,2 Детектор полуменево-іонізаційний

10.3.4 Методика та правила проведення

Пробу ефірної олії уводять у випарник хроматографа мікрошприцом прокалюванням гумової прокладки, що самоущільнюється.

Типові хроматограми ефірної олії деревію звичайного наведені у додатку А.

10.3.5 Правила опрацювання результатів

10.3.5.1 Масову частку хамазулену в ефірній олії деревію звичайного C_x у відсотках обчислюють за формулою:

$$C_x = \frac{S_x}{\sum_{i=1}^n S_i}, \quad (1)$$

де S_x — площа піка хамазулену, мм²;

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

Площу піка S у квадратних міліметрах обчислюють за формулою:

$$S = h \cdot d_{0,5}, \quad (2)$$

де h — висота піка, мм;

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

10.3.5.2 Обчислюють із точністю до другого десяткового знака з наступним округленням до першого знака. Результат записують у робочому журналі у довільній формі. Журнал повинен бути пронумерований та прошнурований.

10.3.5.3 Допустима похибка

За результат вимірювання приймають середнє арифметичне із двох результатів паралельних визначань, розбіжність між якими (збіжність вимірювання) не повинна перевищувати 1,5 % для насадкової колонки та 0,3 % — для капілярної колонки. Абсолютна похибка вимірювання за довірчої ймовірності $P = 0,95$ не повинна перевищувати $\pm 2,5$ % для насадкової колонки та $\pm 1,0$ % — для капілярної колонки.

10.4 Визначання масової частки хамазулену фотоколориметричним методом**10.4.1 Суть методу**

Метод полягає у визначанні масової частки хамазулену через оптичну густину толуолового розчину ефірної олії деревію, яка перебуває у прямій залежності від кількості хамазулену в олії, за довжини хвилі $L = 590$ нм.

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 ДСТУ ГОСТ 7328.

Колориметр фотоелектричний КФК-2 — 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.

Колба мірна 2-25(50)-2 — згідно з 1770.

Колба мірна 2-250(500)-2 — згідно з 1770.

Піпетка 3-2-10 — згідно з ГОСТ 20292.

Стакан 1-5(10) — згідно з ГОСТ 20292.

Толуол, х.ч. — згідно з чинним нормативним документом.

2,6 дихлорфеноліндофенолят натрію, ч.д.а. (х.ч.) — згідно з чинним нормативним документом.

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

10.4.3 Умови вимірювання

Під час вимірювання необхідно дотримуватися таких умов:

- напруга в електричній мережі повинна бути (220 ± 22) В;
- температура навколишнього середовища — від 10°C до 35°C ;
- температура фосфатного буфера та толуолових розчинів ефірної олії повинна бути $(20 \pm 1,0)^{\circ}\text{C}$.

10.4.4 Правила готування

10.4.4.1 Готування фосфатного буфера з рН від 6,8 до 7,0

Зважують 3,63 г (точна наважка) фосфату калію однозаміщеного та 7,13 г (точна наважка) фосфату натрію двозаміщеного. Наважки вміщують у мірну колбу місткістю 1 дм^3 і додають дистильовану воду до позначки.

Примітка. Кількість у грамах вказана для чистих солей фосфату калію однозаміщеного безводного (K_2HPO_4) та фосфату натрію двозаміщеного з двома молекулами води ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

10.4.4.2 Готування 2,6 дихлорфеноліндофеноляту натрію

Перед використанням 2,6 дихлорфеноліндофенолят натрію висушують у сушильній шафі за температури $(60 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ протягом 2 год.

10.4.4.3 Готування початкового розчину 2,6 дихлорфеноліндофеноляту натрію

Зважують у стакані 0,01963 г (точна наважка) 2,6 дихлорфеноліндофеноляту натрію, підготовленого згідно з 10.4.4.2, та переносять наважку кількісно за допомогою фосфатного буфера у мірну колбу місткістю 250 см^3 (у разі використання мірної колби місткістю 500 см^3 величину наважки збільшують удвічі). Уміст колби доводять до позначки фосфатним буфером та ретельно перемішують. Отриманий розчин містить в 1 см^3 0,0785 мг 2,6 дихлорфеноліндофеноляту натрію, що відповідає 1,0 мг хамазулену.

10.4.4.4 Готування розведених розчинів

З розчину, отриманого згідно з 10.4.4.3, готують розведені розчини. Для цього початковий розчин розводять фосфатним буфером у 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 разів, що відповідає вмісту хамазулену в 1 см^3 розчину відповідно 0,500 мг; 0,333 мг; 0,250 мг; 0,200 мг; 0,167 мг; 0,143 мг; 0,125 мг.

10.4.4.5 Побудова калібрувального графіка

Визначають оптичну густину розчинів, отриманих згідно з 10.4.4.4, на фотокolorиметрі за довжини хвилі $L = 590\text{ нм}$ у кюветі з товщиною шару 5,0 мм. Отримані дані використовують для побудови калібрувального графіка. На осі абсцис (x) відкладають кількість міліграмів хамазулену в $1,0\text{ см}^3$, а на осі ординат (y) — відповідні їм значення оптичної густини. Періодичність перевірки графіка становить не рідше раз на рік. Типовий калібрувальний графік наведено у додатку Б.

Примітка. Калібрувальний графік наведено тільки для інформації. Кожен випробувач повинен побудувати свій калібрувальний графік, який буде враховувати особливості устаткування, що застосовують.

10.4.5 Методика та правила проведення

Зважують наважку ефірної олії деревію від 0,05 г до 0,10 г для масової частки хамазулену більше ніж 10,0 % та від 0,50 г до 1,00 г для масової частки хамазулену 10,0 % та менше.

Наважку ефірної олії деревію кількісно переносять у мірну колбу місткістю 25 см^3 та доводять до позначки толуолом. Отриманий розчин ретельно перемішують та вимірюють оптичну густину за умов, що наведені в 10.4.3. Кількість міліграмів хамазулену в 1 см^3 розчину, що вимірюють, визначають за калібрувальним графіком.

10.4.6 Правила опрацювання результатів

10.4.6.1 Масову частку хамазулену C_x у відсотках обчислюють за формулою:

$$C_x = \frac{a \cdot v \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (3)$$

де a — кількість хамазулену в міліграмах в 1 см^3 розчину, що вимірюють, знаходять за калібрувальним графіком;

V — об'єм розчину, що вимірюють, см³;

100 — коригувальний коефіцієнт для переведення у відсотки;

m — маса наважки ефірної олії, г;

1000 — коригувальний коефіцієнт для переведення грамів у міліграми.

10.4.6.2 Обчислюють із точністю до другого десяткового знака з наступним округленням результату до першого десяткового знака.

Результат вимірювання записують у робочому журналі у довільній формі з обов'язковим фіксуванням усіх проміжних обчислювань. Журнал повинен бути пронумерований та прошнурований.

10.4.6.3 Допустима похибка

За результат вимірювання беруть середнє арифметичне із двох результатів паралельних визначань, розбіжність між якими (збіжність вимірювання) не повинна перевищувати значень, наведених у таблиці 4.

Таблиця 4 — Показники точності результату вимірювання масової частки хамазулену за довірчої ймовірності $P = 0,95$

У відсотках

Діапазон вимірювання	Збіжність	Абсолютна похибка
До 10,0 включ.	0,1	$\pm 0,05$
Понад 10,0 до 60,0 включ.	0,8	$\pm 0,48$
Понад 60,0	1,0	$\pm 0,65$

10.5 Токсиколого-гігієнічні показники безпеки визначають заклади та установи Держсанепіднагляду відповідно до вимог МУ 2102 [14].

11 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

Олію ефірну деревію приймають згідно з ДСТУ 2729, розділ 3.

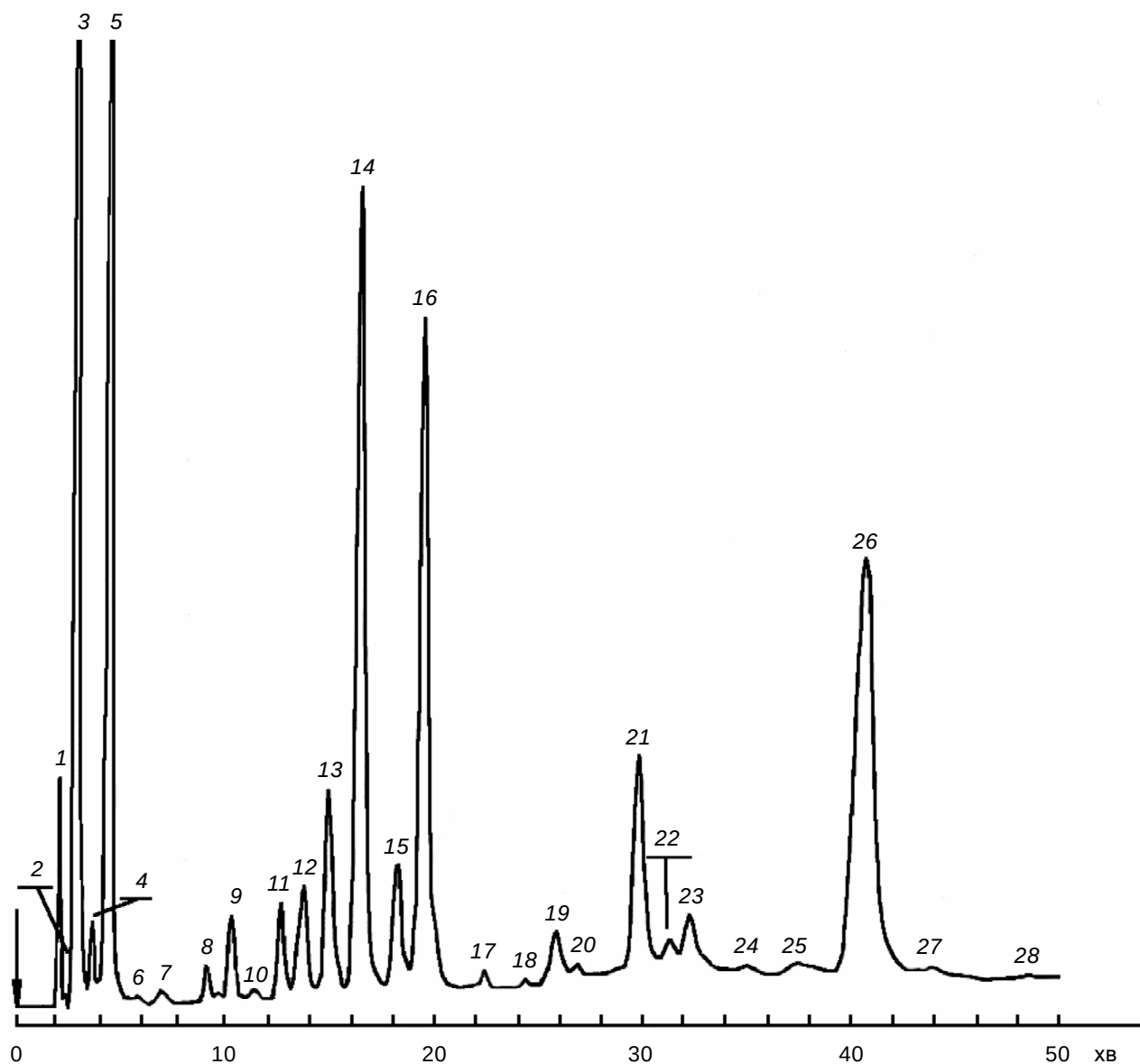
12 ГАРАНТІЇ ВИРОБНИКА

12.1 Виробник гарантує відповідність якості ефірної олії деревію вимогам цього стандарту за умови дотримування вимог транспортування та зберігання.

12.2 Гарантійний термін зберігання ефірної олії деревію — 12 міс. з дати виготовлення.

ДОДАТОК А
(довідковий)

ТИПОВА ХРОМАТОГРАМА ЕФІРНОЇ ОЛІЇ
ДЕРЕВІЮ ЗВИЧАЙНОГО

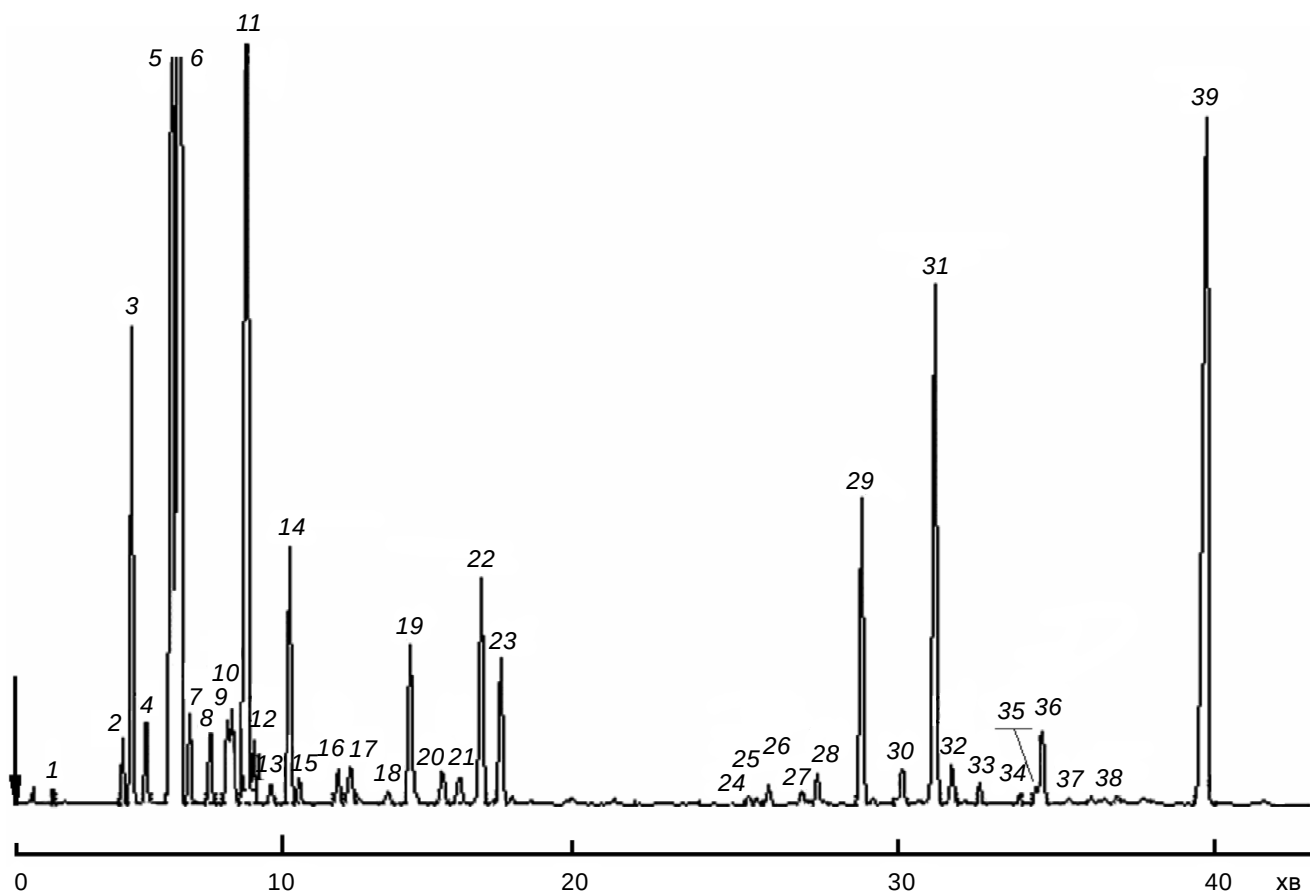


Ідентифіковані піки
26 — хамазулен

Умови хроматографування

Колонка сталева 300 см, внутрішній діаметр 0,3 см.
Твердий носій Хроматон N-AW-DMCS від 60 меш до 80 меш.
Нерухома фаза: ХЕ-60 (5 % від маси твердого носія).
Температура термостата: програмування від 80 °С зі швидкістю 2 °С/хв до 90 °С, далі зі швидкістю 3 °С/хв до 150 °С.
Температура випарника: 230 °С.
Температура детектора: 240 °С.
Газ-носії азот, швидкість потоку 70 см³/хв.
Детектор полуменево-іонізаційний.

Рисунок А.1 — Типова хроматограма ефірної олії деревію звичайного на насадковій полярній колонці

**Ідентифіковані піки**

3 — α -пінен;
 5 — сабінен;
 6 — β -пінен;
 11 — 1,8 цинеол;
 14 — γ -терпінен;
 17 — ліналоол;
 19 — камфора;
 21 — борнеол;
 39 — хамазулен.

Умови хроматографування

Колонка кварцова 5000 см, внутрішній діаметр $3,2 \cdot 10^{-2}$ см.
 Нерухома фаза: OV-101.
 Температура термостата: програмування від 80 °C до 90 °C
 впродовж 5 хв зі швидкістю 2 °C/хв, далі від 120 °C до 180 °C
 зі швидкістю 4 °C/хв.
 Температура випарника: 230 °C.
 Температура детектора: 240 °C.
 Газ-носіє азот, тиск на вході у колонку 150 кПа, ділення
 потоку 1/37,2.
 Детектор полуменево-іонізаційний.

Рисунок А.2 — Типова хроматограма ефірної олії дерев'яного звичайного
 на капілярній неполярній колонці

ДОДАТОК Б
(довідковий)

КАЛІБРУВАЛЬНИЙ ГРАФІК

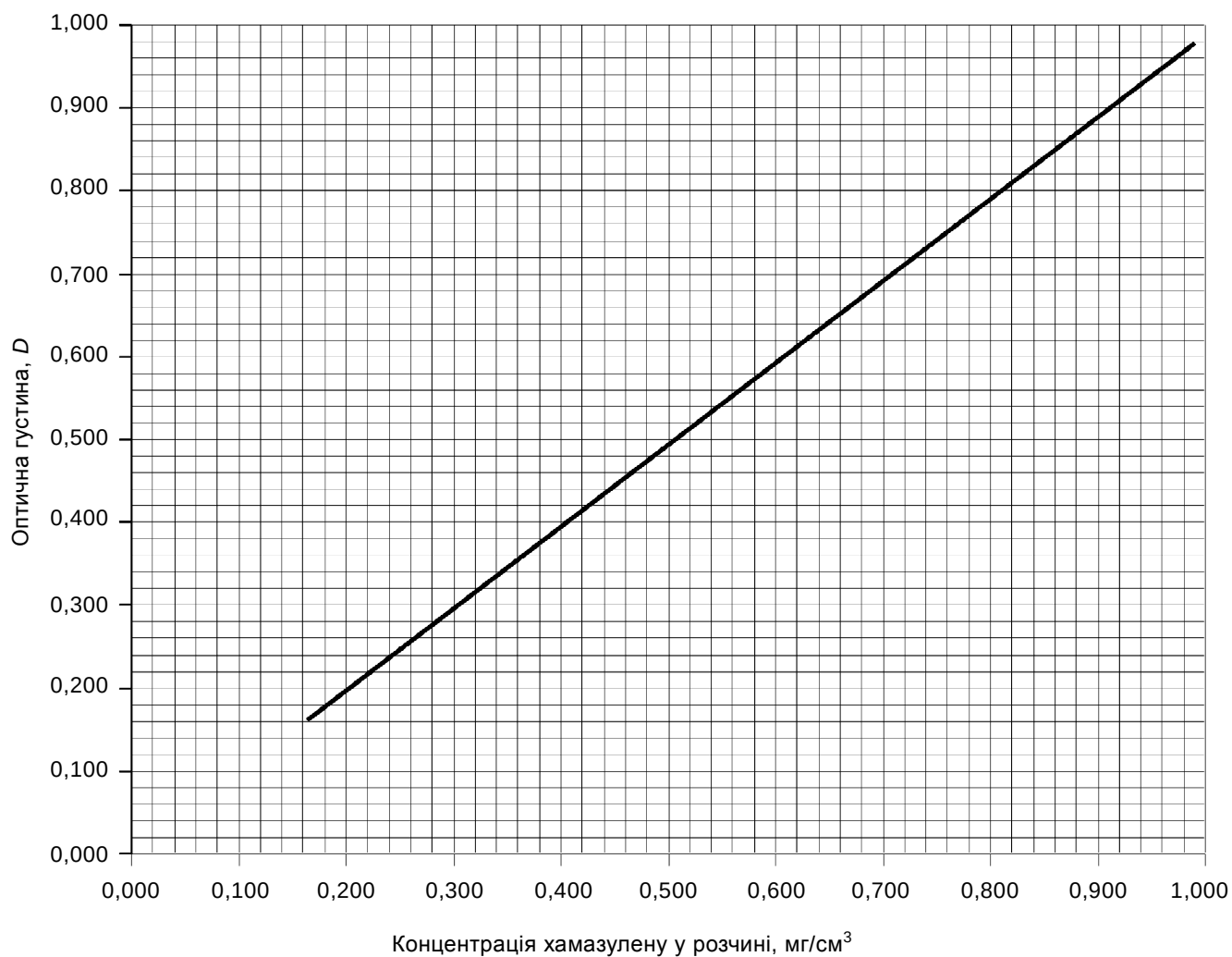


Рисунок Б.1 — Типовий калібрувальний графік для визначання концентрації хамазулену

ДОДАТОК В
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 ДСанПІН 2.2.9.027–99 Санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості, затверджені постановою Головного державного санітарного лікаря України 01.07.99 № 27.

2 МУ 4436–87 Методические указания. Измерение концентраций аэрозолей преимущественно фиброгенного действия (Методичні вказівки. Вимірювання концентрацій аерозолів переважно фіброгенної дії), затверджені Міністерством охорони здоров'я СРСР 18.11.87 № 4436.

3 СНиП 2.04.05–91 Отопление, вентиляция и кондиционирование (Опалення, вентиляція та кондиціювання), затверджені постановою Держбуду Росії 26.06.2003 № 115.

4 СП 1042–73 Санитарные правила организации технологических процессов и гигиенические требования к производственному оборудованию (Санітарні правила організації технологічних процесів і гігієнічні вимоги щодо виробничого устаткування), затверджені заступником міністра охорони здоров'я СРСР та Головним санітарним лікарем СРСР 4.04.73 № 1042.

5 ДНАОП 0.00-1.29–97 Правила захисту від статичної електрики, затверджені наказом Держнаглядохоронпраці України від 22.04.97 № 103.

6 ДСП 201–97 Державні санітарні правила охорони атмосферного повітря населених місць (від забруднення хімічними і біологічними речовинами), затверджені наказом МОЗ України від 09.07.97 № 201.

7 СанПиН 42-128-4690–88 Санитарные правила и нормы по охране почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами (Санітарні правила з охорони ґрунту від забруднення промисловими підприємствами та побутовими відходами), затверджені Міністерством охорони здоров'я СРСР 5.08.88 № 4690.

8 ДСанПІН 2.2.7.029–99 Гігієнічні вимоги щодо поводження з промисловими відходами та визначення їх класу небезпеки для здоров'я населення, затверджені постановою державного санітарного лікаря України 1.07.99 № 29.

9 СанПиН 4630–88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения (Санітарні правила та норми охорони поверхневих вод від забруднення), затверджені Головним санітарним лікарем СРСР 4.07.88 № 4630.

10 ТУ 51-940–70 Гелий газообразный (сжатый). Технические условия (Гелій газоподібний (стиснений). Технічні умови).

11 ТУ 6-01-5743167-93–88 Кислота соляная техническая Технические условия (Кислота соляна технічна. Технічні умови).

12 ТУ 6-09-3375–78 Гексан. Технические условия (Гексан. Технічні умови).

13 ТУ 6-08-1181–71 Бумага универсальная индикаторная (Папір універсальний індикаторний).

14 МУ 2102–79 Оценка воздействия вредных химических соединений на кожные покровы и обоснование предельно допустимых уровней загрязнения кожи (Оцінювання впливу хімічних сполук на шкіряні покриви та обґрунтування гранично допустимих рівнів забруднення шкіри), затверджені Міністерством охорони здоров'я СРСР 01.11.79 № 2102.

Код УКНД 71.100.60

Ключові слова: метод парової дистиляції, нормалізація, олія ефірна деревію звичайного, показники якості, фотокolorиметричний метод, хроматограма.

Редактор **М. Клименко**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **І. Недогарко**
Верстальник **І. Барков**

Підписано до друку 04.06.2010. 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, серія ДК, № 1647