

Анализ эфирного масла

**Физические и
химические показатели**



AromaBeauty

При исследовании эфирного масла определяют его подлинность, отсутствие примесей и числовые показатели - плотность, угол вращения, кислотное число, эфирное число до и после ацетилирования.

Подлинность испытуемого масла устанавливают, определяют цвет, запах и вкус масла.

Цвет (и прозрачность) устанавливают, поместив 10 мл эфирного масла в цилиндр из прозрачного бесцветного стекла диаметром 2—3 см, наблюдая в проходящем свете.

Запах определяют следующим образом: 0,1 мл (2 капли) эфирного масла наносят на полоску фильтровальной бумаги длиной около 12 см шириной 5 см так, чтобы масло не смачивало края бумаги, и сравнивают запах испытуемого образца через каждые 15 мин с запахом контрольного образца, нанесенного таким же образом на фильтровальную бумагу. В течение 1 ч запах должен быть одинаков с запахом контрольного образца.

Вкус устанавливают, прикладывая к языку полоску фильтровальной бумаги с нанесенной на нее каплей масла или смеси 1 г сахарной пудры с 1 каплей испытуемого масла.



Определение примесей.

Спирт этиловый.

1. Несколько капель испытуемого масла наносят на воду, налитую на часовое стекло, и наблюдают на черном фоне; не должно быть заметного помутнения вокруг капли масла.
2. 1 мл испытуемого масла наливают в пробирку, закрывают комочком ваты, в середине которого помещают кристалл фуксина, подогревают до кипения; при наличии спирта его пары растворяют фуксин, окрашивая вату в красный цвет.

Жирные и минеральные масла. 1 мл эфирного масла
взбалтывают в пробирке с 10 мл 80%-ного этилового
спирта; не должно появляться мути (5-10% жира) и
жирных капель (более 10%).



Вода. Содержание воды устанавливают методом дистилляции. Метод основан на том, что эфирные масла закипают при температуре более 150°C . В пробирку помещают 1-2 мл эфирного масла и нагревают до 120°C . При наличии воды стенки пробирки запотевают.



Числовые показатели

Угол вращения плоскости поляризации определяют в поляриметре. Большинство эфирных масел оптически активны. Если от наблюдателя, к которому направлен свет, проходящий через оптически активное вещество, вращение плоскости поляризации происходит вправо (по движению часовой стрелки), то вещество называют правовращающим и перед его названием ставят индекс «*d*» или знак «(+)⁺» [(+)-линалоол, *d*-линалоол], если же вращение плоскости поляризации происходит влево (против часовой стрелки), то вещество называют левовращающим и перед названием ставят индекс «*l*» или знак «(-)⁻». Для эфирного масла *Mentha piperita* (мята перечная) угол вращения должен быть не менее -18° , для эфирного масла эвкалипта - от 0 до $+10^{\circ}$.

Показатель преломления определяют в рефрактометре. Показателем преломления (*n*) называют отношение скорости распространения света в воздухе к скорости распространения света в испытуемом веществе. Эфирные масла характеризуются высоким показателем преломления – от 1,43 до 1,61 .



Рефрактометр имеет две призмы, одна из которых (верхняя) может приподниматься. Перед проведением измерения на нижнюю призму рефрактометра наносят 1-2 капли эфирного масла, после чего опускают верхнюю призму и плотно ее прижимают. Пучок света с помощью зеркала направляют в верхнее окошко призмы. Вращая рукоятку, совмещают три черточки, нанесенные по диаметру круга, с границей светотени. Вращением ручки компенсатора добиваются совпадения границы темной и светлой частей поля с тремя черточками. Отсчет показателя преломления производится по левой шкале с точностью до четвертого знака.

Для эфирного масла мяты перечной показатель преломления должен быть 1.459-1.470; для эфирного масла эвкалипта 1.458-1.470.



Химические показатели

Кислотное число - это количество миллиграммов КОН, необходимое для нейтрализации свободных кислот в 1 г исследуемого вещества. Обычно количество кислот в эфирном масле незначительно, но при длительном хранении в результате распада эфиров количество кислот увеличивается.

Пробу эфирного масла 1.5-2.0 г, растворяют в 5 мл 95%-ного этилового спирта, 0,1 н. КОН . Прибавляют 1 мл раствора фенолфталеина и титруют при постоянном перемешивании 0,1Н КОН до появления розового окрашивания 1 мл 0.1 н. КОН соответствует 5.61 мг КОН.

Кислотное число (КЧ) вычисляют по формуле:

$$KЧ = \frac{V \cdot N \cdot 5.61}{m}$$

где V – объем (мл) раствора щелочи, использованного на титрование
 m - навеска (грамм) эфирного масла.



Эфирное число. Эфирным числом называют количество миллиграммов KOH, необходимое для омыления сложных эфиров содержащихся в 1 г исследуемого вещества.

Эфирное число определяют в растворе, полученном после определения кислотного числа. К этому раствору прибавляют 20 мл 0.5 н. спиртового раствора KOH и нагревают на водяной бане в колбе с воздушным холодильником в течение 1 ч, считая с момента закипания. По окончании омыления раствор разбавляют 100 мл воды и избыток KOH титруют 0,5 н H₂SO₄ (индикатор — фенолфталеин).

Эфирное число X вычисляют по формуле:

$$X = \frac{28,05 \cdot V - m \cdot n}{m}$$

где V — объем 0,5 н. KOH, пошедший на омыление эфиров, мл

m — масса навески масла, г

28,05 — масса KOH, мг, содержащегося в 1 мл его 0,5 н. спиртового раствора.

Эфирное число после ацетилирования - количество миллиграммов КОН, необходимое для омыления суммы сложных эфиров, содержащихся первоначально в 1 г масла и образовавшихся после ацетилирования. Для эфирных масел содежржащих линалоол, гераниол и цитронелол.



Процентное содержание сложных эфиров или связанных спиртов X_1 вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{M} \cdot \frac{1}{\text{эфирное число}}$$

где M - молекулярная масса эфира или спирта.

Содержание свободных спиртов X_2 (процентное содержание) находят по формуле:

$$X_2 = \frac{\Delta \text{Э} \cdot 100}{M} \cdot \frac{1}{\text{эфирное число}}$$

где: $\Delta \text{Э}$ - разность между эфирным числом после ацетилирования и эфирным числом.

Общее содержание спиртов X_3 выражают суммой связанных и свободных спиртов:

$$X_3 = X_1 + X_2$$

Содержание фенолов определяют следующим образом: в кассиеву колбу вместимостью 200-250 мл с шейкой, градуированной на 10 мл (с погрешностью до 0,01 мл), вносят пипеткой 5 мл испытуемого масла и 150 мл 5%-ного NaOH и взбалтывают в течение 15 мин. Отстоявшееся масло вводят в градуированную шейку колбы прибавлением такого же раствора NaOH. Через 1 ч отсчитывают количество непрореагировавшего масла.

Процентное содержание фенолов X_4 вычисляют по формуле:

где V — объем масла, не прореагировавшего с раствором NaOH, мл (температура масла при внесении в колбу и при отсчете должна быть одинакова).