МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения кислотного числа

Vegetable oils.
Methods for determination of acid value

ГОСТ 5476—80

ОКСТУ 9141

Дата введения 1981—07—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает методы определения кислотного числа в растительных маслах.

Сущность методов заключается в растворении определенной массы растительного масла в смеси растворителей с последующим титрованием имеющихся свободных жирных кислот водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или натрия.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 4715—84 в части титриметрического и потенциометрического методов.

Информационные данные о соответствии настоящего стандарта требованиям СТ СЭВ 4715 приведены в приложении 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 5471.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ВИЗУАЛЬНОЙ ИНДИКАЦИЕЙ

Метод применяется для определения кислотного числа светлых и рафинированных масел, в том числе полученного из нерафинированного хлопкового масла по п. 2.1 и для темных масел по п. 2.2, в диапазоне 0,1—30,0 мг KOH/г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.1. Определение кислотного числа светлых и рафинированных масел, в том числе полученного из нерафинированного хлопкового масла

2.1.1. *Аппаратура, реактивы и материалы*

Весы лабораторные равноплечие по ГОСТ 24104, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие весы с аналогичными метрологическими характеристиками.

Баня водяная.

Колбы конические Кн-2—250—34, Кн-2—250—40 или Кн-2—250—50 ХС по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 5, 25, 50 $см^3$.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч.д.а. *с* (KOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), водный или спиртовой раствор, или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч.д.а. *с* (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), водный или спиртовой раствор.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Эфир диэтиловый.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь растворителей: спирто-эфирная или спирто-хлороформная, приготовленная в соответствии с п. 2.2.2.1.

Шкаф сушильный лабораторный.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.1.2. *Подготовка к испытанию*

2.1.2.1. *Приготовление смеси растворителей*

Спирто-эфирную смесь готовят из двух частей диэтилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением 5 капель раствора фенолфталеина на 50 $см^3$ смеси.

Смесь нейтрализуют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или натрия до едва заметной розовой окраски.

Спирто-хлороформную смесь готовят из равных частей хлороформа и этилового спирта с добавлением 5 капель раствора фенолфталеина на 50 $см^3$ смеси. Смесь нейтрализуют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или натрия до едва заметной розовой окраски.

При использовании спирто-эфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроокиси; при использовании спиртно-хлороформной смеси — спиртовым раствором гидроокиси.

2.1.2.2. *Подготовка образца*

Прозрачное незастывшее растительное масло перед взятием пробы для анализа хорошо перемешивают. При наличии в жидком масле мути или осадка, а также при анализе застывших масел образец масла помещают в сушильный шкаф, имеющий температуру 50 °С, и нагревают его до той же температуры. Затем масло перемешивают. Если после этого масло не становится прозрачным, его фильтруют в шкафу при температуре 50 °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.1.3. *Проведение испытания*

В коническую колбу отвешивают с записью результата до второго десятичного знака 3—5 г масла, приливают 50 $см^3$ нейтрализованной смеси растворителей и взбалтывают.

Если при этом масло не растворяется, его нагревают на водяной бане, охлаждают до температуры 15—20 °С.

Полученный раствор масла при постоянном взбалтывании быстро титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или натрия до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

При титровании 0,1 н. водным раствором гидроокиси калия или натрия количество спирта, применяемого вместе с эфиром или хлороформом, во избежание гидролиза раствора мыла, должно не менее чем в 5 раз превышать количество израсходованного раствора гидроокиси.

При кислотном числе масла свыше 6 мг KOH/г отвешивают с записью результата до второго десятичного знака навеску масла 1—2 г и растворяют ее в 40 $см^3$ нейтрализованной смеси растворителей.

При кислотном числе масла менее 2 мг KOH/г титрование ведут из микробюретки.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.2. Определение кислотного числа темных масел (нерафинированного хлопкового и других) с тимолфталеином

2.2.1. *Аппаратура, реактивы и материалы*

Для проведения определения дополнительно к указанным в п. 2.1.1 должны применяться:

Колбы конические с боковой отводной трубкой вместимостью 250 $см^3$ или колбы конические Кн-2—250—34, Кн-2—250—40, Кн-2—250-50 ХС по ГОСТ 25336.

Тимолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Смесь растворителей; спирто-эфирная или спирто-хлороформная, приготовленная в соответствии с п. 2.2.2.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.2. *Подготовка к испытанию*

2.2.2.1. *Приготовление смеси растворителей*

Спирто-эфирную смесь готовят из двух частей диэтилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением 1 $см^3$ раствора тимолфталеина на 50 $см^3$ смеси.

Смесь нейтрализуют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или натрия до появления синей окраски.

Спирто-хлороформную смесь готовят из равных частей этилового спирта и хлороформа с добавлением 1 $см^3$ раствора тимолфталеина на 50 $см^3$ смеси.

Смесь нейтрализуют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или натрия до появления синей окраски.

При использовании спирто-эфирной смеси титрование производят водным или спиртовым

раствором гидроокиси; при использовании спирто-хлороформной смеси — спиртовым раствором гидроокиси.

2.2.2.2. *Подготовка образца*

Подготовка образца по п. 2.1.2.2.

Для определения массы навески определяют цветность масла по ГОСТ 5477 цветометром ВНИИЖ-16 в кювете 1 см при 35 желтых единицах или другим прибором, дающим сопоставимые результаты.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.3. *Проведение испытания*

В коническую колбу с отводной трубкой отвешивают с записью результата до второго десятичного знака от 1 до 5 г масла в зависимости от цветности, определенной по п. 2.2.2.1, в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Цветность масла, красные единицы	Навеска масла, г	Цветность масла, красные единицы	Навеска масла, г
До 20	5,0	От 51 до 60	2,5
От 21 до 30	4,5	» 61 » 70	2,0
» 31 » 40	4,0	» 71 » 80	1,5
» 41 » 50	3,0		

В колбу с навеской приливают 50 см^3 нейтрализованной смеси и взбалтывают до растворения масла. К смеси добавляют 2 см^3 раствора тимолфталеина и быстро титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или натрия при постоянном перемешивании содержимого колбы.

Перемешивание проводят так, чтобы жидкость перемешивалась в отводной трубке колбы.

Наблюдают за изменением окраски раствора масла во время титрования в тонком слое, находящемся в отводной трубке колбы.

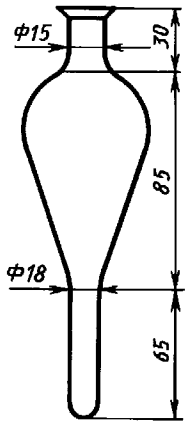
Титрование ведут до тех пор, пока окраска раствора не изменится от желтой или красноватой до зеленовато-бурой или слабо-синей.

Допускается определение кислотного числа в темных маслах проводить по п. 2.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. СОЛЕВОЙ МЕТОД

3.1. Определение кислотного числа нерафинированного хлопкового масла, предназначаемого для последующей рафинации



Черт. 2*

Метод применяют для определения кислотного числа в диапазоне 1,0—30,0 мг KOH/г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.1.1. *Аппаратура, реактивы и материалы*

Весы лабораторные равноплечие по ГОСТ 24104, 3-го класса точности и наибольшим пределом взвешивания 500 г или другие весы с аналогичными метрологическими характеристиками.

Колбы плоскодонные типа П по ГОСТ 25336, вместимостью 100 или 200 см^3 или колбы специальные для титрования (черт. 2).

Бюретки вместимостью 5, 25, 50 см^3.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., c (KOH) = 0,25 моль/дм^3 (0,25 н.), водный или спиртовой раствор, или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., c (NaOH) = 0,25 моль/дм^3 (0,25 н.), водный или спиртовой раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, 35—36 %-ный водный раствор.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эфир диэтиловый.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

*Черт. 1 исключен.

Смесь спирто-эфирная, приготовленная по п. 2.1.2.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1.2. *Подготовка к испытанию*

Подготовка образца — по п. 2.1.2.2.

3.1.3. *Проведение испытания*

В плоскодонную колбу или специальную колбу для титрования отвешивают с записью результата до второго десятичного знака 10 г масла, приливают 50 $см^3$ 35—36 %-ного нейтрализованного раствора хлористого натрия и 0,5 $см^3$ раствора фенолфталеина. Колбу закрывают резиновой пробкой и содержимое встряхивают, затем титруют 0,25 моль/$дм^3$ (0,25 н.) водным раствором гидроокиси калия или натрия (при небольшом кислотном числе масла допускается применение 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) раствора гидроокиси калия или натрия).

При титровании встряхивание повторяют каждый раз после прибавления 4—5 капель гидроокиси до исчезновения окраски нижнего слоя жидкости.

Когда окраска нижнего слоя начинает медленно исчезать, склянку встряхивают уже после прибавления 1—2 капель раствора гидроокиси.

Титрование ведут до появления устойчивой розовой окраски нижнего слоя жидкости.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЙ ИНДИКАЦИЕЙ

Метод применяется для всех видов растительных масел для определения кислотного числа в диапазоне 0,2—30,0 мг KOH/г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1. А п п а р а т у р а и р е а к т и в ы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, класса точности 3, с наибольшим пределом взвешивания 1 кг или другие весы с таким же классом точности.

pH-метры лабораторные (иономеры) с пределом измерений 0—14 единиц pH и ценой деления шкалы 0,01 или 0,05 единиц pH, снабженные стеклянными и хлорсеребряным электродами.

Стаканы типа В и Н по ГОСТ 25336, вместимостью 80 и 100 $см^3$.

Бюретки вместимостью 5 $см^3$ (для кислотного числа менее 2 мг KOH/г), 25, 50 $см^3$.

Мешалка магнитная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч. или ч.д.а., c (KOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), водный или спиртовой раствор, или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., c (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), водный или спиртовой раствор.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Эфир диэтиловый.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь растворителей спирто-эфирная или спирто-хлороформная.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. П о д г о т о в к а к и с п ы т а н и ю

Подготовка образца — по п. 2.1.2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. П р о в е д е н и е и с п ы т а н и я

В стакан отвешивают с записью результата до второго десятичного знака 2—3 г масла и приливают 40 мл нейтрализованной смеси растворителей. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, включают ее и затем опускают в стакан электроды pH-метра так, чтобы они были погружены на глубину не менее 3 см.

Потенциометрическое титрование раствора масла проводят в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору, до эквивалентной точки в интервале pH от 11 до 13.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Кислотное число масла (X_1), мг KOH/г, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{5{,}611 \cdot K \cdot V}{m},$$

где 5,611 — коэффициент, равный значению расчетной массы KOH в 1 см^3 0,1 н. раствора KOH, а при использовании NaOH этот коэффициент получают путем умножения расчетной массы NaOH в 1 см^3 0,1 н. раствора (равной 4,0) на 1,4 — отношение молекулярных масс KOH и NaOH;

K — поправка к титру 0,1 н. раствора гидроокиси калия или натрия;

V — объем 0,1 н. раствора гидроокиси калия или натрия, израсходованного на титрование, см^3;

m — масса масла, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

При разногласиях в оценке качества продукции за результат испытания принимают среднее арифметическое результатов не менее чем четырех параллельных определений, полученных титриметрическими методами с визуальной или потенциометрической индикацией.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результатов до первого десятичного знака.

5.2. Метрологические характеристики методов при доверительной вероятности 0,95 приведены в табл. 2.

При необходимости сопоставления результатов определения кислотного числа солевым методом и титриметрическим методом с потенциометрической индикацией следует произвести пересчет с учетом того, что солевой метод обладает систематической погрешностью, занижающей результат определения на 15 % по сравнению с титриметрическим методом с потенциометрической индикацией.

Таблица 2

Наименование метода и интервалы значений кислотного числа, мг KOH/г	Предел возможных значений погрешности измерений		Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений	
	относительной, %	абсолютной, мг KOH/г	относительное, %	абсолютное, мг KOH/г
1. Титриметрический метод с визуальной индикацией:				
для рафинированных масел с кислотным числом:				
до 0,2 включ.	—	0,01	—	0,015
св. 0,2 до 0,4 включ.	—	0,04	—	0,05
св. 0,4 до 1,0 включ.	—	0,06	—	0,07
для светлых нерафинированных масел с кислотным числом:				
до 6,0 включ.	4	—	5	—
св. 6,0	6	—	7	—
для хлопкового нерафинированного масла (с тимолфталеином)	10	—	15	—

Продолжение табл. 2

Наименование метода и интервалы значений кислотного числа, мг КОН/г	Предел возможных значений погрешности измерений		Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений	
	относительной, %	абсолютной, мг КОН/г	относительное, %	абсолютное, мг КОН/г
2. Солевой метод для хлопкового нерафинированного масла	10	—	15	—
3. Титриметрический метод с потенциометрической индикацией для всех видов растительных масел с кислотным числом:				
от 0,2 до 1,0 включ.	—	0,02	—	0,04
св. 1,0:				
для светлых	4	—	5	—
для темных	10	—	15	—

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3. При необходимости пересчета кислотного числа на кислотность по олеиновой кислоте (X_2), %, используют соотношение

$$X_2 = 0{,}503 \cdot X_1.$$

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

Кислотное число — физическая величина, равная массе гидроокиси калия в мг, необходимой для нейтрализации суммы свободных жирных кислот и других, нейтрализуемых щелочью сопутствующих триглицеридам веществ, содержащихся в 1 г масла.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ О СООТВЕТСТВИИ ГОСТ 5476—80 СТ СЭВ 4715—84

ГОСТ 5476	СТ СЭВ 4715
Раздел 2. Наименование П. 2.1	Раздел 1. Наименование Пп. 1.2, 1.3, 1.4, 1.5
Раздел 4. Наименование	Раздел 2. Наименование
П. 4.1	П. 2.4
П. 4.2	П. 2.3
П. 4.3	П. 2.5
Пп. 5.1 и 5.2	Пп. 1.6 и 2.6

(Введено дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16.06.80 № 2798

3 Стандарт соответствует СТ СЭВ 4715—84 в части титриметрического и потенциометрического методов

4 ВЗАМЕН ГОСТ 5476—64

5 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 4233—77	3.1.1
ГОСТ 4328—77	2.1.1, 3.1.1, 4.1
ГОСТ 5471—83	1.1
ГОСТ 5477—93	2.2.2.2
ГОСТ 6709—72	2.1.1, 3.1.1, 4.1
ГОСТ 12026—76	2.1.1, 3.1.1, 4.1
ГОСТ 17299—78	2.1.1, 3.1.1, 4.1
ГОСТ 18300—87	2.1.1, 3.1.1, 4.1
ГОСТ 20015—88	2.1.1, 4.1
ГОСТ 24104—88	2.1.1, 3.1.1, 4.1
ГОСТ 24363—80	2.1.1, 3.1.1, 4.1
ГОСТ 25336—82	2.1.1, 2.2.1, 3.1.1, 4.1

6 Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7 ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 10—85, 10—90)