ГОСТ 10858—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

ПРОМЫШЛЕННОЕ СЫРЬЕ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА МАСЛА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

Группа С19

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫХ КУЛЬТУР

Промышленное сырье
Методы определения кислотного числа масла

Oil seeds crops. Industrial raw materials.
Methods of determination of acid value.

ГОСТ 10858—77
Взамен ГОСТ 10858—64

МКС 67.200.20
ОКСТУ 9709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 июля 1977 г. № 1808 дата введения установлена 01.07.78

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт распространяется на семена масличных культур, предназначенные для промышленной переработки, и устанавливает методы определения кислотного числа масла в семенах.

Под кислотным числом масла понимают количество миллиграммов гидроокиси калия или натрия, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г масла.

Сущность метода состоит в титровании масла, извлеченного из семян, следующими способами:

настаиванием этиловым (серным) эфиром;

экстрагированием этиловым эфиром в аппарате Сокслета;

прессованием с помощью гидравлического пресса.

Методы применимы для семян масличных культур с кислотным числом масла от 0,8 до 25 мг КОН.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб и выделение навесок — по ГОСТ 10852—86.

2. ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ

2.1. Из средней пробы выделяют семена массой около 120 г при извлечении из них масла настаиванием или экстрагированием и около 250 г — при извлечении масла прессованием. Выделенные семена очищают от сорной примеси (кроме испорченных семян).

2.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

2.3. Очищенные от сорной примеси семена размалывают на мельнице в течение:

(30 ± 1) с — семена хлопчатника;

(15 ± 1) с — семена других масличных культур, кроме клещевины.

Семена клещевины размалывают два раза по (15 ± 1) с с перемешиванием их после первого размола.

2.4. Влажность анализируемых семян должна быть не более 8 %. При большей влажности семена подсушивают в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (июнь 2010 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88).

© Издательство стандартов, 1977
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

2.5. Этиловый эфир перед работой проверяют на нейтральную реакцию. Для этого в делительную воронку вместимостью 150 см^3 наливают около 100 см^3 этилового эфира и около 50 см^3 дистиллированной воды, подкрашенной метилоранжем до светло-оранжевого цвета. Воронку закрывают пробкой и, придерживая руками пробку и кран, осторожно, волнообразно в виде восьмерки, несколько раз перемешивают содержимое воронки. Затем в горизонтальном положении осторожно около вытяжного устройства приоткрывают кран и выпускают пары растворителя. Далее воронку помещают вертикально в штатив, слегка приоткрывают верхнюю пробку, дают содержимому расслоиться и спускают нижний водный слой. По окраске спускаемой воды определяют реакцию эфира. Если реакция эфира кислая (окраска воды красная), эфир нужно промывать дистиллированной водой до нейтральной реакции (вода с метилоранжем не должна менять окраску).

2.3—2.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.6. Для нейтрализации этилового спирта в него добавляют 8—10 капель фенолфталеина и титруют до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 10 с, добавляя по 1—2 капли водного раствора KOH (NaOH) массовой концентрации 0,1 моль/дм^3 при постоянном взбалтывании содержимого.

2.7. Насыщенный раствор поваренной соли готовят из расчета 35 г поваренной соли на 100 см^3 дистиллированной воды. Приготовленный раствор профильтровывают через вату, добавляют 8—10 капель фенолфталеина и нейтрализуют путем титрования до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 10 с, добавляя по 1—2 капли водного раствора KOH (NaOH) массовой концентрации 0,1 моль/дм^3 при постоянном взбалтывании содержимого.

2.8. Патроны для экстракции в аппарате Сокслета делают из обезжиренных фильтровальной бумаги и ваты.

Для обезжиривания полоски фильтровальной бумаги шириной 110—500 мм вату скручивают в рулоны и экстрагируют в аппарате Сокслета этиловым эфиром в течение 2—3 ч. Затем вату и бумагу вынимают, раскладывают под тягой для удаления эфира.

Обезжиренные бумагу и вату хранят в емкостях с плотно закрывающимися крышками.

При изготовлении патрона используют деревянную болванку. Полоску фильтровальной бумаги накручивают на болванку, оставляя с края, примерно, 2 см. По мере накручивания, края загибают пинцетом, образуя дно, на которое укладывают кусочек ваты толщиной 0,5 см. Для уплотнения его прижимают болванкой. Взвешивают готовый патрон вместе с кусочком ваты, который будет уложен на навеску.

2.6—2.8. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ИЗВЛЕЧЕНИЕМ МАСЛА ЭТИЛОВЫМ (СЕРНЫМ) ЭФИРОМ

3.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

Мельница лабораторная, обеспечивающая проход через сито с диаметром отверстий 0,25 мм не менее 80 %.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру воздуха в нем (105 ± 2) °С.

Баня водяная или паровая.

Штатив металлический.

Колбы конические КН-1 (2)—250 (500) по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 2—1 (2)—25 по ГОСТ 29227—91.

Бюретки 6 (7)—1 (2)—5 по ГОСТ 29251—91.

Цилиндры 1 (3)—25 (50, 250, 500) по ГОСТ 1770—74.

Воронки делительные ВД-1 (2, 3)—250 (100) ХС по ГОСТ 25336—82.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а., водный раствор c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а., водный раствор c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, нейтральный.

Эфир этиловый (серный) по нормативному документу, нейтральный, перегнанный или эфир медицинский X издание по статье 34 «Госформакопеи» или эфир этиловый очищенный по ОСТ 84—2006—82.

Фенолфталеин по нормативному документу, спиртовой раствор массовой концентрации 1 %.

Метилоранж, водный раствор массовой концентрации 1 %.

Пробки корковые по ГОСТ 5541—2002 или резиновые по нормативному документу.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования и лабораторной посуды, метрологические характеристики которых соответствуют указанным параметрам.

3.2. Проведение определения

3.2.1. Из измельченных по п. 2.3 семян берут две навески массой по 50 г, помещают каждую из них в отдельную колбу вместимостью 500 см^3 и заливают 200 см^3 нейтрального этилового эфира. Колбы закрывают пробкой и выдерживают в течение 2 ч при комнатной температуре, периодически встряхивая через каждые 10—15 мин. По истечении 2 ч смесь фильтруют в чистую колбу.

3.2.2. Из каждой колбы пипеткой отбирают по 25 см^3 фильтрата в конические колбы, добавляют по 15 см^3 нейтрального этилового спирта и титруют водным раствором KOH (NaOH) массовой концентрации 0,1 моль/дм^3 в присутствии фенолфталеина (3—5 капель) до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 10 с.

По шкале бюретки определяют объем раствора KOH (NaOH), израсходованного на титрование.

Одновременно из каждой колбы отбирают еще по 25 см^3 фильтрата в две предварительно высушенные в течение 1 ч при температуре (105 ± 2) °С и взвешенные после охлаждения колбы. Отгоняют эфир под тягой на водяной или паровой бане и высушивают масло в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы; первое взвешивание проводят через 30 мин после начала высушивания, последующие — через каждые 15 мин. Высушивание считают законченным, если результат последующего взвешивания отличается от предыдущего не более 0,1 г. По разнице массы колбы с высушенным маслом и пустой колбы определяют массу масла в 25 см^3 фильтрата, взятого для титрования.

Все взвешивания проводят с погрешностью не более 0,1 г.

3.2—3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Кислотное число масла (X) каждой навески семян в миллиграммах KOH вычисляют по формуле

$$X = A \cdot \frac{V \cdot K \cdot 5{,}611}{m} + B,$$

где V — объем раствора KOH (NaOH), израсходованный при титровании, см^3;

K — поправка к номинальной мольной концентрации раствора KOH (NaOH), определяемая при его приготовлении;

m — масса масла, взятая для определения, г;

$A = 1$; $B = 0$ — для метода настаивания этиловым эфиром;

$A = 0{,}92$; $B = -0{,}57$ — для метода экстрагирования в аппарате Сокслета;

$A = 1{,}17$; $B = 0{,}23$ — для метода прессования с последующим титрованием масла в спиртоэфирной смеси;

5,611 — масса KOH, содержащаяся в 1 см^3 водного раствора KOH массовой концентрации 0,1 моль/дм^3, мг.

При титровании водным раствором NaOH это значение заменяют 5,6 (4,0 × 1,4, где 1,4 — отношение молярных масс KOH к NaOH).

3.3.2. За результат определения кислотного числа масла принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,1 мг KOH. При превышении этой нормы определение повторяют.

3.3.3. При разногласиях в определении кислотного числа масла проводят повторное определение одним из методов, указанных в данном стандарте, а контрольное определение — титриметрическим методом с извлечением масла этиловым (серным) эфиром.

Допускаемое расхождение между результатами первоначального и контрольного (повторного) определений — 15 % их среднеарифметического значения.

3.3.1—3.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.4. Все вычисления проводят до сотых долей миллиграмма с последующим округлением результата до десятых долей миллиграмма.

3.3.5. Округление полученных результатов проводят следующим образом: если цифра, следующая за установленным пределом больше 5, то предшествующую цифру увеличивают на единицу; если цифра меньше 5, то ее отбрасывают; если цифра равна 5, то последнюю сохраняемую цифру увеличивают на единицу, если она нечетная, и оставляют без изменения, если она четная или нуль.

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ИЗВЛЕЧЕНИЕМ МАСЛА ЭКСТРАГИРОВАНИЕМ ЭТИЛОВЫМ ЭФИРОМ В АППАРАТЕ СОКСЛЕТА

4.1. Аппаратура, реактивы и материалы

4.1.1. Аппаратура, реактивы и материалы, перечисленные в п. 3.1, и указанные ниже.

Вата гигроскопическая по ГОСТ 5556—81, обезжиренная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76, обезжиренная.

Болванка деревянная диаметром 25—26 мм.

Аппарат Сокслета, состоящий из:

насадки НЭТ-200ТС по ГОСТ 25336—82;

холодильника ХШ-1—200—29/32ХС по ГОСТ 25336—82;

колбы П-1—250—29/32 по ГОСТ 25336—82.

4.2. Проведение определения

4.2.1. Из измельченных по п. 2.3 семян отбирают две навески массой по 10—15 г каждая и помещают их раздельно в экстракционные патроны, изготовленные по п. 2.8.

На навеску размолотых семян помещают второй кусочек ваты, загибают края патрона и после взвешивания помещают его в экстрактор. К экстрактору присоединяют холодильник и чистую колбу, предварительно высушенную в течение 1 ч при температуре (105 ± 2) °С и взвешенную после охлаждения. В колбу наливают этиловый эфир не более $^2/_3$ объема и помещают ее на водяную или паровую баню. Экстрагирование семян подсолнечника проводят в течение 30 ч, семян мелкосеменных культур — 22—24 ч, семян сои — 72 ч, семян хлопчатника — 12 ч. Водяная или паровая баня должна обеспечивать нагрев эфира в колбе до 7—8 сифонирований в 1 ч.

Конец экстрагирования устанавливают по отсутствию жира при проверке на полноту экстрагирования. Для этого, отсоединив от колбы экстрактор, наносят одну каплю раствора на часовое стекло. После испарения эфира на стекле не должно оставаться жирного пятна.

По окончании экстрагирования в вытяжном шкафу на водяной или паровой бане отгоняют эфир из колб в экстрактор, предварительно удалив патрон. Затем колбу отделяют от экстрактора и оставляют на бане для удаления остатков эфира.

Масло в колбах сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы. Первое взвешивание производят через 1—1,5 ч после начала высушивания, последующие — через каждые 30 мин. Высушивание считают законченным, если результат последующего взвешивания отличается от предыдущего не более 0,1 г. По разности массы колбы с высушенным маслом и пустой колбы определяют массу масла, полученную в процессе экстрагирования.

Все взвешивания проводят с погрешностью не более 0,1 г.

В каждую колбу с маслом заливают по 50 см^3 нейтральной смеси этилового эфира и спирта (2:1) и добавляют по 3—5 капель фенолфталеина. Содержимое колб тщательно перемешивают, затем титруют водным раствором КОН (NaOH) массовой концентрации 0,1 моль/дм^3. Титрование ведут до появления устойчивого розового окрашивания, не исчезающего в течение 10 с.

По шкале бюретки определяют объем раствора КОН (NaOH), израсходованный на титрование.

4.1.1, 4.2, 4.2.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Обработка результатов — в соответствии с п. 3.3.

5. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ИЗВЛЕЧЕНИЕМ МАСЛА ИЗ СЕМЯН ПОДСОЛНЕЧНИКА ПРЕССОВАНИЕМ

5.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

Пресс лабораторный гидравлический.

Приспособление для отжима масла.

Штатив металлический.

Колбы с отметкой 5,4 см^3 или колбы КН-1 (2) 250 по ГОСТ 25336—82.

Бюретки 1 (2)—1 (2)—25 и 6 (7)—1 (2)—5 по ГОСТ 29251—91.
Цилиндры 1 (3)—50 по ГОСТ 1770—74.
Воронки делительные ВД-1 (2, 3)—250 (1000) ХС по ГОСТ 25336—82.
Фенолфталеин по нормативному документу, спиртовой раствор массовой концентрации 1 %.
Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, нейтральный.
Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а., водный раствор c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 или
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а., водный раствор c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3.
Эфир этиловый (серный) по нормативному документу, перегнанный, нейтральный.
Метилоранж, водный раствор массовой концентрации 1 %.
Пробки корковые по ГОСТ 5541—2002 или резиновые по нормативному документу.
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76.
Соль поваренная пищевая по нормативному документу, насыщенный нейтральный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Допускается применение аналогичного отечественного и импортного оборудования и лабораторной посуды, метрологические характеристики которых соответствуют указанным параметрам.

5.2. Проведение определения

5.2.1. Из подготовленных в соответствии с п. 2.1 семян подсолнечника отбирают две навески массой по 100 г и каждую отдельно засыпают в корпус приспособления для отжима масла.

К сборнику масла подвешивают градуированную колбу с отметкой объема 5,4 см^3 или обычную, предварительно высушенную в течение 1 ч при температуре (105 ± 2) °С и взвешенную после охлаждения колбу вместимостью 250 см^3. Затем доводят давление до максимально возможного для данного пресса и поддерживают его на этом уровне в течение всего периода извлечения масла.

При этом масло должно стекать в колбу, не попадая на ее стенки. При извлечении немного более 5,4 см^3 масла колбу снимают, выдерживают некоторое время для выхода пузырьков воздуха и затем фильтровальной бумагой удаляют избыток масла, доведя его уровень точно до отметки на колбе 5,4 см^3. При использовании обычной колбы ее вместе с маслом массой не менее 5 г взвешивают и определяют массу масла в колбе. Все взвешивания производят с погрешностью не более 0,1 г. Затем в колбу наливают или 50 см^3 нейтральной смеси (2:1) этилового эфира с этиловым спиртом, или 50 см^3 насыщенного раствора поваренной соли, приготовленного по п. 2.7, и 10—15 капель фенолфталеина.

Колбы плотно закрывают пробкой и их содержимое тщательно перемешивают путем встряхивания. Затем титруют 0,1 моль/дм^3 водным раствором KOH (NOH), добавляя по 1—2 капли. При титровании масла в насыщенном растворе поваренной соли после прибавления каждых 4—5 капель раствора KOH (NaOH) колбу закрывают пробкой, переворачивают и 10—12 раз сильно встряхивают.

Титрование ведут до появления устойчивого в течение 10 с розового окрашивания нижнего слоя содержимого колб, после чего определяют по шкале бюретки объем раствора KOH (NaOH), израсходованный на титрование, с погрешностью не более 0,1 см^3.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. При использовании спиртоэфирного раствора обработку результатов определения проводят в соответствии с п. 3.3.

5.3.2. При использовании насыщенного раствора поваренной соли кислотное число масла (X_1) в миллиграммах KOH вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора KOH (NaOH), израсходованный на титрование, см^3;
K — поправка к номинальной мольной концентрации раствора KOH (NaOH), определяемая при его приготовлении;
m — масса масла, взятая для определения, г;
5,611 — масса KOH, содержащаяся в 1 см^3 водного раствора KOH массовой концентрации 0,1 моль/дм^3, мг. При титровании водным раствором NaOH это значение заменяют 5,6 (4,0 × 1,4, где 1,4 — отношение молекулярных масс KOH к NaOH);
a — поправка, указанная в таблице.

X	*a*	*X*	*a*
До 0,5	0,5	6,1—6,2	1,2
0,6—3,3	0,4	6,3—6,5	1,3
3,4—3,9	0,5	6,6—6,7	1,4
4,0—4,4	0,6	6,8—6,9	1,5
4,5—4,8	0,7	7,0—7,1	1,6
4,9—5,2	0,8	7,2—7,3	1,7
5,3—5,4	0,9	7,4—7,6	1,8
5,5—5,7	1,0	7,7—7,9	2,0
5,8—6,0	1,1	8,0—8,2	2,2

5.3.3. За результат определения кислотного числа масла принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1 мг КОН. При превышении этой нормы определение повторяют.

5.3.4. Допускаемые расхождения между результатами первоначального и контрольного (повторного) определений, все вычисления и округления полученных результатов в соответствии с пп. 3.3.3—3.3.5.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Разд. 6. **(Исключен, Изм. № 1).**