

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ
ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Методы определения мыла

Vegetable oils and natural fatty acids.
Methods for the determination of soapГОСТ
5480—59

ОКСТУ 9141

Дата введения 1960—07—01

Настоящий стандарт распространяется на масла растительные и устанавливает методы определения мыла в рафинированных маслах после щелочной рафинации, натуральных жирных кислотах.

Качественный метод — определяет отсутствие мыла (натриевых солей свободных жирных кислот) в рафинированных маслах после щелочной рафинации, натуральных жирных кислотах.

Количественные методы — определяют содержание мыла, оставшегося в масле после щелочной рафинации сырых масел, натуральных жирных кислотах.

Применение методов предусматривается в стандартах или технических условиях на каждый вид рафинированного масла.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТСУТСТВИЯ МЫЛА
(качественный метод)

А. Аппаратура, реактивы, растворы

1. Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Асбест.

Стеклянные шарики или кусочки пемзы, или стеклянные капилляры.

Колбы Кн (П₁)-250 Тс по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—25(50, 100) по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—536, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299 или по ГОСТ 18300.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. (Исключен, Изм. № 2).

Б. Подготовка к испытанию

3. Отбор проб производят по ГОСТ 5471.

4. Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.

5. Масло берется для испытания в непрофильтрованном виде.

В. Проведение испытания

6. В конической колбе вместимостью 250 см³ предварительно кипятят 50 см³ дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина (при этом вода должна оставаться бесцветной), а затем добавляют около 10 см³ испытуемого масла и кипятят в течение 5—10 мин.

Для равномерности кипения в колбу помещают кусочки пемзы или стеклянные капилляры.

По окончании кипячения колбу ставят на лист белой бумаги и добавляют еще несколько капель фенолфталеина.

7. При отсутствии мыла в масле нижний слой в колбе после охлаждения должен оставаться бесцветным.

Чувствительность метода 0,02 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ СПИРТО-БЕНЗИНОВОГО РАСТВОРА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

8. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Термометр лабораторный, обеспечивающий температуру 100 °С.

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—10(25—50—100) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1(2)—2(5) — 0,01 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2(3)—1(2)—5(10) по ГОСТ 29169.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299 или по ГОСТ 18300 с массовой долей 95 %.

Бензин авиационный по ГОСТ 1012.

Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³.

(При малых количествах мыла в рафинированных маслах следует пользоваться раствором кислоты концентрации $c(\text{HCl})$ или концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³).

Метиловый красный по ТУ 6—09—51—69, водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

9. (Исключен, Изм. № 2).

Б. Подготовка к испытанию

10. Подготовка к испытанию должна производиться в соответствии с пп. 3, 4 и 5 настоящего стандарта.

В. Проведение испытания

11. В коническую колбу берут навеску исследуемого масла массой 10 г, прибавляют 5 см³ этилового спирта с массовой долей 95 % и 30 см³ бензина и взбалтывают до полного растворения масла.

К полученной жидкости добавляют 50 см³ дистиллированной воды, нагретой до 80—90 °С, взбалтывают до образования эмульсии, прибавляют 5 капель метилового красного и титруют из микробюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ или 0,01 моль/дм³ (жидкость во все время титрования должна оставаться горячей). Прибавление кислоты при титровании производится малыми порциями: вначале по 3—4 капли, затем по 1 капле при интенсивном перемешивании жидкости. После прибавления каждой новой капли кислоты и энергичного перемешивания жидкости смеси дают расслоиться и наблюдают окраску нижнего водного слоя. Как только водный слой титруемой жидкости приобретает слегка розовый оттенок, титрование заканчивают.

В этой же колбе (после того как она будет вымыта) проводят контрольный опыт с точно таким же количеством спирта, бензина и воды, но без навески масла.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Г. Порядок расчета

12. Содержание мыла (X) в испытуемом масле в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) - F \cdot 0,0304}{m} \cdot 100,$$

- где V_1 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при основном опыте, см³;
 V_2 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при контрольном опыте, см³;
 F — отношение фактической молярной концентрации раствора соляной или серной кислоты к номинальной молярной концентрации растворов такой же концентрации;
 0,0304 — количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора серной или соляной кислоты концентрации c (H₂SO₄) или концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³.
 При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот концентрации c (H₂SO₄) или концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;
 m — навеска масла, г.

Примечание. Допускается проводить определение содержания мыла с применением питьевой воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

13. Конечный результат выражается как среднее арифметическое из двух параллельных определений.
 14. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,01 %.

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ АЦЕТОНОВОГО РАСТВОРА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

15. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.
 Бакла водная.
 Колбы Кн-1—250(500, 1000) по ГОСТ 25336.
 Цилиндры 1(3)—50(100, 250) по ГОСТ 1770.
 Колбы мерные 2—1000—1(2) по ГОСТ 1770.
 Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1(2) — 2 (5) — 0,01 по ГОСТ 29251.
 Ацетон по ГОСТ 2603.
 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³.
 Бромфеноловый синий (щелочерастворимый) по ТУ 6—09—1058, раствор в ацетоне с массовой долей 0,01 %.
 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Б. Подготовка к испытанию

16. Приготовление реактивов

Для приготовления раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,01 % в ацетоне навеску бромфенолового синего массой 0,1 г растворяют в 20 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном.

Для приготовления раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³, 10 см³ водного раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 1 моль/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном.

Для установления значения K концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ в колбу берут 10 см³ раствора едкого натра концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³, добавляют 50 см³ ацетонового раствора бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ до перехода сине-зеленой окраски в желтую (до первоначальной окраски раствора индикатора). Делают три параллельных титрования и берут среднеарифметическую величину количества (см³) соляной кислоты, пошедшей на титрование. Определяют K (HCl) — отношение фактической молярной концентрации раствора HCl к номинальной концентрации HCl в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ по формуле

$$K(\text{HCl}) = \frac{10 - K(\text{NaOH})}{V},$$

где $K(\text{NaOH})$ — отношение фактической мольной концентрации раствора NaOH к номинальной мольной концентрации раствора NaOH концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³;
 V — количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, израсходованное на титрование, см³.

17. Отбор проб и подготовку масел проводят по п. 3.4, саломасов — по ОСТ 28—262.

В. Проведение испытания

18. В сухую взвешенную коническую колбу берут от 5 до 40 г масла (в зависимости от содержания в нем мыла), приливают 50 см³ раствора индикатора бромфенолового синего в ацетоне, хорошо встряхивают и дают расслоиться. При наличии мыла в масле верхний ацетоновый слой окрашивается в зелено-синий цвет.

Мыло оттитровывают раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³ до перехода окраски верхнего слоя в желтый цвет, соответствующий цвету раствора индикатора. Титрование ведут при частом встряхивании и подогревании колбы в теплой воде до 30—40 °С.

Г. Обработка результатов

19. Массовую долю мыла (X) в исследуемом жире (масле) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K(\text{HCl}) \cdot V \cdot 0,304}{m},$$

где $K(\text{HCl})$ — отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной мольной концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³;
 V — количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, израсходованное на титрование, см³;

0,304 — количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, умноженное на 100, г;

m — навеска масла (жира), г.

20. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

21. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 6 % при определении в одной и той же лаборатории, а расхождения между результатами, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 16 %.

15—21. (Измененная редакция, Изм. № 2).

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫЛА В ЖИРАХ И МАСЛАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ИЗОПРОПИЛОВОГО СПИРТА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

22. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Колбы Кн-1—250 (500, 1000) по ГОСТ 25336.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1(2) — 2(5)—0,01 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1(3)—50(100, 250) по ГОСТ 1770.

Пипетка 2(3) — 1(2) — 5(10) по ГОСТ 29169.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, титрованный водный раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³.

2-Пропанол изопропиловый спирт по ТУ 6—09—402, х. ч.

Бромфеноловый синий по ТУ 6—09—1058, раствор в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Б. Подготовка к испытанию

23. Для приготовления нейтрализованного раствора изопропилового спирта к 1000 см³ изопропилового спирта добавляют 5 см³ раствора бромфенолового синего в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05 %. Затем смесь титруют раствором соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ до перехода зеленой окраски в желтую.

24. Отбор проб и подготовка растительных масел — по п. 3.4, саломаса — по ОСТ 28—262.

В. Проведение испытания

25. В коническую колбу берут навеску исследуемого масла или саломаса 10—50 г (в зависимости от ожидаемой массовой доли мыла). В колбу добавляют нагретый до 70—80 °С нейтрализованный изопропиловый спирт в количестве 50—250 см³ (в зависимости от навески масла). Раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 10—15 мин до полного растворения жира и мыла. Добавляют несколько капель раствора бромфенолового синего и содержимое колбы титруют раствором соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ до перехода зеленой окраски в желтую.

Г. Обработка результатов определения

26. Массовую долю мыла (X) в исследуемом жире (масле) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{1,05 \cdot V \cdot K \cdot 3,04}{m},$$

где 1,05 — коэффициент, учитывающий несоответствие перехода окраски индикатора значению рН эквивалентной точки титрования мыла;

V — количество раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ дм/см³, израсходованное на титрование навески, см³;

K — отношение фактической мольной концентрации HCl к номинальной мольной концентрации раствора HCl , определяемое при приготовлении;

m — масса навески жира, г;

3,04 — количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые относительные расхождения между параллельными определениями не должны превышать 15 % в диапазоне массовой доли мыла от 0,001 до 0,02 % и 7 % в диапазоне концентраций от 0,02 до 10 %.

Разд. IV. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским институтом жиров

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов от 31.10.59

3 Периодичность проверки — 5 лет

4 ВЗАМЕН ГОСТ 5480—55

5 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1012—72	8
ГОСТ 1770—74	1, 8, 15, 22
ГОСТ 2603—79	15
ГОСТ 3118—77	8, 15, 22
ГОСТ 4204—77	8
ГОСТ 5471—83	3
ГОСТ 6709—72	1, 8, 15, 22
ГОСТ 14919—83	1, 8, 22
ГОСТ 17299—78	1, 8
ГОСТ 18300—87	1, 8
ГОСТ 24104—88	8, 15, 22
ГОСТ 25336—82	1, 8, 15, 22
ГОСТ 29169—91	8, 22
ГОСТ 29251—91	8, 15, 22
ОСТ 28—262—81	17, 24
ТУ 6—09—51—69—84	8
ТУ 6—09—402—81	22
ТУ 6—09—536—87	1
ТУ 6—09—1058—87	15, 22

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 декабре 1980 г., июне 1990 г. (ИУС 12—80, 9—90)