

## 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

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ  
ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Методы определения мыла

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

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).

### I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТСУТСТВИЯ МЫЛА (качественный метод)

#### A. Аппаратура, реактивы, растворы

1. Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Асбест.

Стеклянные шарики или кусочки пемзы, или стеклянные капилляры.

Колбы Кн (П<sub>1</sub>)-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).

#### B. Подготовка к испытанию

3. Отбор проб производят по ГОСТ 5471.

4. Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.

5. Масло берется для испытания в непрофильтрованном виде.

#### B. Проведение испытания

6. В конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup> предварительно кипятят 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина (при этом вода должна оставаться бесцветной), а затем добавляют около 10 см<sup>3</sup> испытуемого масла и кипятят в течение 5—10 мин.

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

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

## **С. 2 ГОСТ 5480—59**

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**

### **A. 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 °C.

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

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

Бюretка 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  $c$  ( $H_2SO_4$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор концентрации  $c$  ( $HCl$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

(При малых количествах мыла в рафинированных маслах следует пользоваться раствором кислоты концентрации  $c$  ( $HCl$ ) или концентрации  $c$  ( $H_2SO_4$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>).

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 см<sup>3</sup> этилового спирта с массовой долей 95 % и 30 см<sup>3</sup> бензина и взбалтывают до полного растворения масла.

К полученной жидкости добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагретой до 80—90 °C, взбалтывают до образования эмульсии, прибавляют 5 капель метилового красного и титруют из микробюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации  $c$  ( $H_2SO_4$ ) или концентрации  $c$  ( $HCl$ ) = 0,1 или 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (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

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

где  $V_1$  — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при основном опыте,  $\text{см}^3$ ;  
 $V_2$  — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при контрольном опыте,  $\text{см}^3$ ;  
 $F$  — отношение фактической мольной концентрации раствора соляной или серной кислоты к номинальной мольной концентрации растворов такой же концентрации;  
0,0304 — количество мыла, соответствующее 1  $\text{см}^3$  раствора серной или соляной кислоты концентрации  $c (\text{H}_2\text{SO}_4)$  или концентрации  $c (\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$ .

При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот концентрации  $c (\text{H}_2\text{SO}_4)$  или концентрации  $c (\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$  при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;

$m$  — навеска масла, г.

П р и м е ч а н и е. 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

#### A. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Баня водяная.

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.

Бюretка 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  $c (\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ .

Бромфеноловый синий (щелочерастворимый) по ТУ 6—09—1058, раствор в ацетоне с массовой долей 0,01 %.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

#### B. Подготовка к испытанию

##### 16. Приготовление реагентов

Для приготовления раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,01 % в ацетоне навеску бромфенолового синего массой 0,1 г растворяют в 20  $\text{см}^3$  дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000  $\text{см}^3$  и доводят до метки ацетоном.

Для приготовления раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации  $c (\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , 10  $\text{см}^3$  водного раствора соляной кислоты концентрации  $c (\text{HCl}) = 1 \text{ моль}/\text{дм}^3$  переносят в мерную колбу вместимостью 1000  $\text{см}^3$  и доводят до метки ацетоном.

Для установления значения  $K$  концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации  $c (\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$  в колбу берут 10  $\text{см}^3$  раствора едкого натра концентрации  $c (\text{NaOH}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , добавляют 50  $\text{см}^3$  ацетонового раствора бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации  $c (\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$  до перехода сине-зеленой окраски в желтую (до первоначальной окраски раствора индикатора). Делят три параллельных титрования и берут среднеарифметическую величину количества ( $\text{см}^3$ ) соляной кислоты, пошедшей на титрование. Определяют  $K (\text{HCl})$  — отношение фактической мольной концентрации раствора  $\text{HCl}$  к номинальной концентрации  $\text{HCl}$  в ацетоне концентрации  $c (\text{HCl}) = 0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$  по формуле

## **С. 4 ГОСТ 5480—59**

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

где  $K(\text{NaOH})$  — отношение фактической мольной концентрации раствора  $\text{NaOH}$  к номинальной мольной концентрации раствора  $\text{NaOH}$  концентрации  $c(\text{NaOH})=0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ ;

$V$  — количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации  $c(\text{HCl})=0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , израсходованное на титрование,  $\text{см}^3$ .

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  $\text{см}^3$  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  $c(\text{HCl})=0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$  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 °C.

### **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  $\text{HCl}$  к номинальной мольной концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации  $c(\text{HCl})=0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ ;

$V$  — количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации  $c(\text{HCl})=0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , израсходованное на титрование,  $\text{см}^3$ ;

0,304 — количество мыла, соответствующее 1  $\text{см}^3$  раствора концентрации  $c(\text{HCl})=0,01 \text{ моль}/\text{дм}^3$ , 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**

### **A. 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.

Бюretка 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  $c(\text{HCl})=0,1 \text{ моль}/\text{дм}^3$ .

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 см<sup>3</sup> изопропилового спирта добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора бромфенолового синего в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05 %. Затем смесь титруют раствором соляной кислоты концентрации  $c$  (HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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 °C нейтрализованный изопропиловый спирт в количестве 50—250 см<sup>3</sup> (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  $c$  (HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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 pH эквивалентной точки титрования мыла;

$V$  — количество раствора соляной кислоты концентрации  $c$  (HCl) = 0,1 дм/см<sup>3</sup>, израсходованное на титрование навески, см<sup>3</sup>;

$K$  — 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 см<sup>3</sup> раствора  $c$  (HCl) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, 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
ОCT 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)**