МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Метод определения неомыляемых веществ

ГОСТ 5479—64

Vegetable oils and natural fatty acids.
Method of determination of unsaponifiables

ОКСТУ 9141

Дата введения 1965—07—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и натуральные жирные кислоты и устанавливает метод определения массовой доли неомыляемых веществ.

Под неомыляемыми веществами подразумеваются вещества, входящие в состав жиров, которые не реагируют с едкими щелочами в условиях, при которых производится омыление, и извлекаются петролейным или серным эфиром из омыленного жира. Неомыляемые вещества в воде нерастворимы.

К группе неомыляемых составных частей жира относятся стерины, высокомолекулярные спирты, углеводороды, некоторые красящие вещества, а также другие специфические сопутствующие вещества, обусловливающие характерные вкус, запах и цвет жира.

Определение массовой доли неомыляемых веществ в растительных маслах и натуральных жирных кислотах позволяет судить о натуральности и чистоте продукта (отсутствие примесей минерального масла, парафина и т. п.).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С, или аппаратура для высушивания под вакуумом.

Баня водяная.

Колбы Кн ($П_1$)-250 ТС по ГОСТ 25336.

Конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682.

Холодильники обратные трубчатые длиной 1 м — конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682.

Воронки ВД-1(3) 250,(500),(1000) ХС по ГОСТ 25336.

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

Воронки В-56 (75,100) — 80 (110,140,150) по ГОСТ 25336.

Эксикатор 1—2 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стеклянные шарики или кусочки пемзы.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., спиртовой раствор концентрации c (KOH) = 2 моль/дм^3 и водный раствор с массовой долей 3—5 %.

Эфир петролейный по нормативно-технической документации (фракция, выкипающая при температуре 35—60 °С).

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ГОСТ 18300 с массовой долей 95 % и водный раствор с массовой долей 50 %.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

gost.e-ecolog.ru

Допускается применение импортного лабораторного оборудования и приборов с метрологическими характеристиками не ниже установленных стандартом.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Отбор проб растительных масел проводят по ГОСТ 5471, а натуральных жирных кислот — по ГОСТ 7580.

1, 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и перед проведением испытания фильтруют.

3а. Для приготовления спиртового раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = 2 моль/дм^3 120 г гидроокиси калия, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды и разбавляют этиловым спиртом с массовой долей 95 % до 1000 см^3.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. В колбу для омыления отвешивают около 5 г масла или натуральных жирных кислот с точностью до 0,005 г и приливают 50 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = 2 моль/дм^3 и несколько стеклянных шариков или кусочков пемзы, препятствующих бурному кипению. Колбу соединяют с обратным холодильником, ставят в кипящую водяную баню и кипятят в течение 1 ч, периодически встряхивая. После этого прибавляют 50 см^3 воды и, если при этом жидкость мутнеет, производят повторное кипячение.

Содержимое колбы охлаждают, количественно переносят в делительную воронку и ополаскивают колбу несколько раз петролейным эфиром (общий объем 50 см^3).

Все промывные порции петролейного эфира переносят в ту же делительную воронку, сильно встряхивают ее в течение 1 мин, чтобы петролейный эфир тщательно смешался с раствором мыла. Смесь оставляют стоять до полного разделения ее на два слоя.

Мыльный раствор переводят в другую делительную воронку, встряхивают с новой порцией (50 см^3) петролейного эфира, дают отстояться, отделяют и экстрагируют мыльный раствор третий раз 50 см^3 петролейного эфира. Если по предварительным данным массовая доля неомыляемых веществ в определенном образце более 1 %, то экстракцию неомыляемых веществ из омыленного раствора петролейным эфиром проводят 6 раз.

Для того, чтобы избежать образования эмульсии добавляют 5—10 см^3 спирта или 2—3 капли 3—5 %-ного раствора едкого кали.

Соединенные эфирные вытяжки сначала промывают слабощелочным 50 %-ным спиртом, а затем для удаления остатков мыла повторно промывают порциями по 25 см^3 50 %-ным спиртом (без щелочи) до тех пор, пока фенолфталеин не перестанет давать красного окрашивания промывной жидкости (предварительно разбавленной двойным-тройным объемом воды).

Промытую эфирную вытяжку количественно переносят в предварительно высушенную и взвешенную колбу, сливая раствор через воронку с бумажным фильтром.

Петролейный эфир отгоняют в водяной бане. Полученный остаток высушивают при температуре 80 °С до постоянной массы, взвешивая через каждые 15 мин.

За постоянную принимают массу, которая после 15-минутной сушки отличается от предыдущей не более чем на 0,001 г.

Г. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

5. Массовую долю неомыляемых веществ в испытуемом масле в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — навеска масла, г;

m_1 — масса остатка после высушивания, г.

4, 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. Конечный результат выражается как среднее арифметическое двух параллельных определений.

7. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля неомыляемых веществ, %	Допускаемые расхождения, %
Св. 0,1 до 0,5	0,15
» 0,5 » 1,0	0,2
» 1,0 » 2,0	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным комитетом по пищевой промышленности при Госплане СССР

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов, мер и измерительных приборов от 29.07.64

3 ВЗАМЕН ГОСТ 5479—50

4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 5471—83	2
ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 7580—91	2
ГОСТ 8682—93	1
ГОСТ 12026—76	1
ГОСТ 17299—78	1
ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 24363—80	1
ГОСТ 25336—82	1
ТУ 6—09—536—87	1

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

6 ИЗДАНИЕ с Изменением № 2, утвержденным в июне 1990 г. (ИУС 9—90)

gost.e-ecolog.ru