ГОСТ Р 50457—92
(ИСО 660—83)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение кислотного числа и кислотности

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.2:543.241.5:006.354 Группа Н19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение кислотного числа и кислотности

Animal and vegetable fats and oils.
Determination of acid value and acidity

ГОСТ Р 50457—92 (ИСО 660—83)

ОКС 67.200.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 1994—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на титрометрический и потенциометрический методы определения свободных жирных кислот в животных и растительных* жирах и маслах. Кислоты выражают в виде кислотного числа или кислотности.

Методы применяют для животных и растительных жиров и масел и не применяют для восков.

2 Ссылка

ГОСТ 8285 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

3 Определения

3.1 Кислотное число — количество миллиграммов гидроокиси калия, требуемое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира или масла.

3.2 Кислотность — условное выражение процентного содержания свободных жирных кислот.

В зависимости от природы жира или масла кислотность может быть выражена в соответствии с требованиями таблицы 1.

Если результаты даются как «кислотность» без дальнейшего уточнения, это значит, что кислотность пересчитана на содержание олеиновой кислоты.

Таблица 1

Вид жира или масла	В пересчете на кислоту	Молярная масса, г/моль
Кокосовое масло, пальмоядровое масло или подобные масла	Лауриновую	200
Пальмовое масло	Пальмитиновую	256
Масла из некоторых крестоцветных*	Эруковую	338
Все другие жиры и масла	Олеиновую	282
* Для рапсового масла с низким содержанием эруковой кислоты кислотность должна пересчитываться на олеиновую кислоту.		

Если образец содержит минеральные кислоты, то они, по договоренности, рассматриваются как жирные кислоты.

---

* По ГОСТ Р 52110—2003.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

© Издательство стандартов, 1993
© Стандартинформ, 2006

4 Титриметрический метод

4.1 Метод применяют для жиров и масел не сильно окрашенных.

4.2 Сущность метода

Растворимость навески в смешанном растворителе, титрование присутствующих свободных жирных кислот раствором гидроокиси калия.

4.3 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитически чистыми; используемая вода должна быть дистиллированной или соответствующей чистоты.

4.3.1 Смесь диэтилового эфира и этилового спирта 95 %-ного раствора (*V/V*) в соотношении 1:1/*V/V*/.

Предупреждение. Диэтиловый эфир легко воспламеним и может образовывать взрывчатые перекиси. Он должен быть использован с большой осторожностью.

Тщательно нейтрализовать, добавляя непосредственно перед использованием раствор гидроокиси калия в присутствии 0,3 см³ раствора фенолфталеина на 100 см³ смеси.

Примечание — Если невозможно использовать диэтиловый эфир, то можно применить смесь этилового спирта и толуола. При необходимости этиловый спирт может быть заменен на изопропиловый спирт.

4.3.2 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор этилового спирта, c (KOH) = = 0,1 моль/дм³ или c (KOH) = 0,5 моль/дм³.

Точная концентрация спиртового раствора гидроокиси калия должна быть проверена непосредственно перед использованием. Следует использовать раствор, приготовленный не позже чем за пять дней до анализа и перелитый в стеклянную бутылку из коричневого стекла, снабженную резиновой пробкой.

Раствор должен быть бесцветный или соломенно-желтый.

Примечание — Стабильный бесцветный раствор гидроокиси калия может быть приготовлен следующим образом. Кипятить 100 см³ этилового спирта с 8 г гидроокиси калия в течение 1 ч, затем немедленно перегнать. Растворить требуемое количество гидроокиси калия в дистилляте. Оставить раствор в течение нескольких дней и отделить прозрачный верхний слой от осадка карбоната калия.

Раствор также может быть приготовлен без дистилляции следующим образом. Добавить 4 см³ бутилата алюминия к 1000 см³ этилового спирта и дать смеси отстояться в течение нескольких дней. Отделить верхний слой и растворить в нем требуемое количество гидроокиси калия. Этот раствор готов к использованию.

4.3.3 Фенолфталеин

10 г фенолфталеина растворить в 1000 см³ 95—96 %-ного раствора /*V/V*/ этилового спирта; при сильно окрашенных образцах растворить 20 г в 1000 см³ 95—96 %-ного раствора /*V/V*/ этилового спирта.

4.4 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 4.4.1—4.4.3.

4.4.1 Весы аналитические.

4.4.2 Колба коническая вместимостью 250 см³.

4.4.3 Бюретка с ценой деления 0,1 см³ вместимостью 10 см³.

4.5 Отбор проб

Отобрать исследуемую пробу в соответствии с требованиями ГОСТ 8285*.

4.6 Методика определения

4.6.1 Приготовление опытного образца

Подготовить опытный образец в соответствии с требованиями ГОСТ 8285*.

4.6.2 Взятие навески

---

* Допускается применение до введения ИСО 661 и ИСО 5555 в качестве государственных стандартов.

Таблица 2

Ожидаемое кислотное число	Масса навески, г	Точность взвешивания навески, г
<1	20	0,05
1—4	10	0,02
4—15	2,5	0,01
15—75	0,5	0,001
>75	0,1	0,0002

Взять навеску в зависимости от ожидаемого значения кислотного числа согласно требованиям табл. 2.

Поместить навеску в коническую колбу вместимостью 250 см^3.

4.6.3 Определение

Растворить навеску в 50—150 см^3 предварительно нейтрализованной смеси диэтилового эфира и этилового спирта.

Титровать при перемешивании раствором гидроокиси калия 0,1 моль/дм^3 (см. примечание 3) до точки эквивалентности индикатора (розовый цвет фенолфталеина, устойчивый в течение 10 с).

Примечания

1 При очень низких кислотных числах (<1) предпочтительно пропускать через опытный раствор слабый поток азота.

2 Стандартный титрованный раствор гидроокиси калия в этиловом спирте может быть заменен водным раствором гидроокиси калия или натрия, когда объем введенной воды не приводит к разделению фаз.

3 Если требуемое количество 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия превышает 10 см^3, используется раствор 0,5 моль/дм^3.

4 Если во время титрования раствор становится мутным, добавить необходимое количество смешанного растворителя для получения прозрачного раствора.

4.6.4 Количество определений

Выполнить два определения на одном и том же образце.

5 Потенциометрический метод

5.1 Сущность метода

Потенциометрическое титрование свободных жирных кислот, содержащихся в навеске, раствором гидроокиси калия в изопропиловом спирте в безводной среде.

5.2 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитической степени чистоты, а используемая вода должна быть дистиллированной или эквивалентной чистоты.

5.2.1 Метилизобутилкетон, нейтрализованный непосредственно перед использованием путем добавления раствора гидроокиси калия в изопропиловом спирте в присутствии фенолфталеина до тех пор, пока цвет индикатора не станет розовым.

5.2.2 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор, c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 или 0,5 моль/дм^3.

5.2.2.1 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор, c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 в изопропиловом спирте.

Растворить 7 г сухой гидроокиси калия в изопропиловом спирте и разбавить спиртом до 1000 см^3.

5.2.2.2 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор, c (KOH) = 0,5 моль/дм^3 в изопропиловом спирте.

Растворить 35 г сухой гидроокиси калия в изопропиловом спирте и разбавить спиртом до 1000 см^3.

5.2.2.3 Концентрация.

Точная концентрация раствора должна быть определена непосредственно перед использованием.

Отвесить (с точностью до 0,0002 г) 0,15 г (для раствора, приготовленного по 5.2.2.1) или 0,75 г

(для раствора, приготовленного по 5.2.2.2) бензойной кислоты чистотой 99,9 %, перенести в стакан и растворить в 50 см³ метилизобутилкетона.

Ввести электроды pH-метра, включить мешалку и титровать раствором гидроокиси калия (см. 5.2.2.1 или 5.2.2.2) до точки эквивалентности (см. п. 5.5.3, примечание 1).

Концентрацию раствора гидроокиси калия (см. 5.2.2.1 или 5.2.2.2), моль/дм³, вычисляют по формуле

$$c_0 = \frac{1000 \cdot m_0}{122{,}1 \cdot V_0},$$

где m_0 — масса использованной бензойной кислоты, г;

V_0 — объем использованного раствора гидроокиси калия (см. 5.2.2.1 или 5.2.2.2), см³.

5.3 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 5.3.1—5.3.5.

5.3.1 Весы аналитические.

5.3.2 Химический стакан цилиндрической формы, вместимостью 150 см³.

5.3.3 Бюретка с ценой деления 0,1 см³, вместимостью 10 см³.

5.3.4 pH-метр, снабженный каломельными электродами.

Контакт между насыщенным раствором хлорида калия и испытуемым раствором должен осуществляться через пластину из спекшегося стекла или фарфоровую пластину толщиной 3 мм.

Примечание — Рекомендуется хранить стеклянный электрод в течение 12 ч перед титрованием в дистиллированной воде или предпочтительно — в метилизобутилкетоне. Высушить его очень осторожно с помощью бумажного фильтра перед проведением измерения. Промыть его сразу же после измерения метилизобутилкетоном, а затем изопропиловым спиртом и в конце дистиллированной водой.

Если электрод работает неудовлетворительно, попытаться восстановить его, выдерживая в течение 24 ч в 1 моль/дм³ растворе соляной кислоты в изопропиловом спирте. После этой обработки промыть электрод дистиллированной водой, затем изопропиловым спиртом и метилизобутилкетоном.

Использование пластинок из фарфора или толстого спекшегося стекла для обеспечения контакта между насыщенным раствором хлорида калия и испытуемым раствором предотвращает возникновение диффузионных потоков и добавочных потенциалов.

5.3.5 Мешалка, предпочтительно магнитная мешалка.

5.4 Отбор проб

Отобрать опытный образец в соответствии с требованиями ГОСТ 8285*.

5.5 Методика

5.5.1 Приготовление опытного образца

Приготовить опытный образец в соответствии с требованиями ГОСТ 8285*.

5.5.2 Взятие навески

Взвесить 5—10 г опытного образца с точностью 0,01 г и поместить в химический стакан.

5.5.3 Определение

Растворить навеску в 50 см³ метилизобутилкетона. Ввести электроды pH-метра, включить мешалку и титровать раствором гидроокиси калия в зависимости от ожидаемой кислотности образца до точки эквивалентности.

Примечания

1 Точка эквивалентности обычно близка к значению 10 на шкале pH и может быть определена графическим путем как точка на кривой нейтрализации.

Точку эквивалентности можно также рассчитать, если взять значение, для которого первый дифференциал колебания pH как функция объема добавленного раствора гидроокиси калия достигает максимума, или значения, для которого второй дифференциал равен нулю.

2 Для сырого хлопкового масла с высоким содержанием госсипола точка эквивалентности может быть определена как произвольная точка на кривой pH в точке эквивалентности при нейтрализации олеиновой кислоты гидроокисью калия в растворителе, используемом для титрования, как указано ниже.

---

* Допускается применение до введения ИСО 661, ИСО 5555 в качестве государственных стандартов.

Растворить приблизительно 0,282 г олеиновой кислоты в 50 см^3 метилизобутилкетона. Вычертить кривую нейтрализации олеиновой кислоты раствором гидроокиси калия. Найти на кривой pH в точке эквивалентности значение, соответствующее добавлению 10 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия. Используя это значение, найти на кривой нейтрализации хлопкового масла объем раствора гидроокиси калия, используемый для нейтрализации хлопкового масла.

5.5.4 Количество определений

Выполнить два определения на одном и том же образце.

6 Выражение результатов

6.1 Кислотное число

Кислотное число (К. ч.) вычисляют по формуле

$$К.\ ч. = \frac{V \cdot c \cdot 56{,}1}{m},$$

где V — объем стандартного использованного титрованного раствора гидроокиси калия, см^3;

c — точная концентрация использованного стандартного титрованного раствора гидроокиси калия, моль/дм^3;

56,1 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 1 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия;

m — масса навески, г.

За результат определения принимают среднеарифметическое результатов двух определений.

7 Протокол испытаний

В протоколе испытания должны быть указаны используемый метод и полученный результат с точным указанием способа расчета.

Должны быть также отражены все условия проведения испытания, не предусмотренные настоящим стандартом или необязательные, а также все то, что может повлиять на результат.

Протокол испытания также должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 226 «Мясо и мясная продукция»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 25.12.92 № 1567
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 660—83 «Жиры и масла животные и растительные. Метод определения кислотного числа и кислотности» и полностью ему соответствует

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8285—91	2; 4.5; 4.6.1; 5.4; 5.5.1

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2006 г.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 29.09.2006. Формат 60x84^1/$_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93.
Уч.-изд.л. 0,65. Тираж 97 экз. Зак. 717. С 3337.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru