МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 5478— 2014

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Метод определения числа омыления

(ISO 3657:2013, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Всероссийским научно-исследовательским институтом жиров Российской Академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИЖ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2014 г. № 68-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 сентября 2014 г. № 1095-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5478—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения международного стандарта ISO 3657:2013 «Масла и жиры животные и растительные. Определение числа омыления» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of saponification value», NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 5478—90

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

В Российской Федерации 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

Поправка к ГОСТ 5478—2014 Масла растительные и натуральные жирные кислоты. Метод определения числа омыления

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

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

Метод определения числа омыления

Vegetable oils and natural fatty acids.
Method for determination of saponification value

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и натуральные жирные кислоты и устанавливает метод определения числа омыления в диапазоне значений измеряемой величины от 100 до 400 мг КОН/г.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8682 (ИСО 383—76) Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые

ГОСТ 12601 Порошок цинковый. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29251 (ИСО 383-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32190 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термин и определение

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 число омыления: Количество миллиграммов гидроокиси калия, необходимое для омыления 1 г анализируемого продукта.

4 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды.....от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха.....от 20 % до 90 %.

5 Сущность метода

Метод основан на омылении пробы кипячением с избыточным количеством спиртового раствора гидроокиси калия и последующим титрованием избытка гидроокиси калия раствором соляной кислоты.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Колба Кн-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1(3)-1(2)—25(50)—0,1 по ГОСТ 29251.

Холодильник ХШ-1—200—29/32 ХС по ГОСТ 25336 или воздушный с конусом КШ-29/32 по ГОСТ 8682 длиной 100 см.

Баня водяная.

Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0005 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.).

Фенолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей фенолфталеина в спирте 1 % (при анализе светлых масел).

Тимолфталеин (индикатор), раствор с массовой долей тимолфталеина в спирте 1 % (при анализе темных масел).

Алкалиблау (индикатор), раствор с массовой долей алкалиблау в спирте 0,75 % (при анализе темных масел).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч., спиртовой раствор концентрации c (KOH) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.).

Порошок цинковый по ГОСТ 12601.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже установленных в стандарте.

7 Подготовка к определению

7.1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 32190.

Анализируемые пробы масла или жирных кислот перемешивают и фильтруют. Пробу при необходимости предварительно расплавляют.

7.2 Приготовление раствора гидроокиси калия

Для приготовления спиртового раствора гидроокиси калия спирт предварительно очищают следующим образом.

К 1 дм^3 этилового спирта добавляют 10 г гидроокиси калия и 5 г цинкового порошка, кипятят с обратным холодильником в течение 2 ч и перегоняют. 35 г гидроокиси калия растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды и добавляют 1 дм^3 очищенного этилового спирта, оставляют на сутки для отстаивания в закрытой колбе и быстро декантируют в склянку из темного стекла.

7.3 Приготовление раствора соляной кислоты

Раствор соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.) готовят по ГОСТ 25794.1.

7.4 Приготовление индикаторов

Растворы индикаторов готовят по ГОСТ 4919.1.

8 Проведение анализа

2—2,5 г масла или 1—2 г жирных кислот взвешивают в колбе для омыления, результат взвешивания в граммах записывают до третьего десятичного знака. Рекомендуемая масса пробы в зависимости от ожидаемого числа омыления приведена в таблице 1.

Таблица 1

Число омыления, мг KOH/г	Масса пробы, г
От 150 до 200 включ.	От 2,5 до 1,8
Св. 200 до 250 включ.	От 1,7 до 1,4
Св. 250 до 300 включ.	От 1,3 до 1,2
Св. 300	От 1,1 до 1,0

Приливают из бюретки 25 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = 0,5 моль/дм^3. Колбу соединяют с обратным холодильником, опускают глубоко в сильно кипящую водяную баню и кипятят в течение 1 ч, взбалтывая время от времени содержимое колбы.

К полученному прозрачному горячему мыльному раствору приливают 0,5 см^3 раствора фенолфталеина (или тимолфталеина, или алкалиблау) и сразу же титруют раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

В тех же условиях проводят контрольное определение без анализируемой пробы.

9 Обработка результатов

9.1 Число омыления X, мг KOH/г[1)] вычисляют по формуле

$$X = \frac{28{,}055F \cdot (V - V_1)}{m}, \qquad (1)$$

где 28,055 — масса гидроокиси калия, эквивалентная 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3, мг;

F — отношение фактической концентрации раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 к номинальной концентрации;

V — объем раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на нейтрализацию контрольной пробы, см^3;

V_1 — объем раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на нейтрализацию анализируемой пробы, см^3;

m — масса анализируемой пробы, г.

[1)] Допустимо записывать как безразмерную величину.

9.2 За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

10 Метрологические характеристики метода

Границы относительной погрешности результатов измерений ± 4 % при доверительной вероятности P = 0,95.

10.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом на идентичных анализируемых объектах в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования за короткий промежуток времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать 3 % по отношению к среднему значению определяемого показателя.

10.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами определений, полученными в двух различных лабораториях, выполненных одним методом на идентичных анализируемых объектах разными операторами с использованием различного оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать 6 % по отношению к среднему значению определяемого показателя.

11 Требования безопасности при проведении работ

Помещение лаборатории должно быть оборудовано вытяжной вентиляцией.

Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами — по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с приборами — по ГОСТ 12.2.007.0, требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.018.

12 Требования к квалификации оператора

Анализ должен выполняться лаборантом, освоившим настоящую методику и прошедшим инструктаж по технике безопасности в химической лаборатории.

УДК 543.241:006.354 МКС 67.200.10

Ключевые слова: масла растительные, натуральные жирные кислоты, число омыления, проведение определения, требования безопасности, обработка результатов

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 23.10.2019. Подписано в печать 10.12.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 5478—2014 Масла растительные и натуральные жирные кислоты. Метод определения числа омыления

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru