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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ 5474— 2025

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения общей золы

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

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 Некоммерческой организацией «Ассоциация производителей и потребителей масложировой продукции»

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2025 г. № 185-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 июля 2025 г. № 726-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5474—2025 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2026 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 5474—66

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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

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

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

Метод определения общей золы

Vegetable oils. Method of determination of total ash

Дата введения — 2026—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на немодифицированные и модифицированные растительные масла и их смеси (далее — масла) и устанавливает метод определения массовой доли общей золы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 177 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19708 Модификация растительных масел, животных жиров и жирных кислот. Термины и определения

ГОСТ 21314 Масла растительные. Производство. Термины и определения

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32190 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

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

ГОСТ ISO 5555 Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб

ГОСТ ISO 6884 Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания золы

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 по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. 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.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 19708, ГОСТ 21314, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1

общее содержание золы в растительном масле: Количественное содержание неорганического остатка растительного масла, который образуется после озоления [сжигания] масла.

[ГОСТ 18848—2019, статья 19]

4 Сущность метода

Пробу первоначально озоляют (сжигают) в условиях умеренного нагрева, остаток озоляют при температуре не выше 600 °С до полного удаления частиц углерода. Затем полученный остаток взвешивают.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

5.1 Для определения массовой доли общей золы используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду и материалы:

- стаканы В(Н)-1(2)—50(100, 150) ТС(ТХС) по ГОСТ 25336;
- весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г;
- тигли фарфоровые высокие 5 по ГОСТ 9147;
- электроплитка по ГОСТ 14919;
- песчаная или водяная баня, позволяющая поддерживать температуру до 100 °С с допустимой погрешностью ±5 °С;
- печь, позволяющая поддерживать температуру в диапазоне температур от 500 °С до 600 °С с допустимой погрешностью ±25 °С;
- беззольная фильтровальная бумага;
- щипцы для тиглей;
- шкаф вытяжной лабораторный;
- эксикатор 1—290 по ГОСТ 25336 (осушающее вещество — кальций хлористый);
- воронка В-56—80 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки градуированные 1(2, 3, 5)—1(1а, 2, 2а)—2—1(10, 20) по ГОСТ 29227;
- промывалка лабораторная стеклянная или полиэтиленовая;
- шкаф сушильный лабораторный, позволяющий поддерживать температуру до 150 °С с допустимой погрешностью ±2 °С.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже указанных, вспомогательного оборудования, посуды с техническими характеристиками не хуже указанных, а также материалов соответствующего качества.

5.2 Для определения массовой доли общей золы используют следующие реактивы:

- перекись водорода по ГОСТ 177, раствор с массовой долей 30 %;
- карбонат аммония, х.ч.;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других реактивов по качеству и чистоте не ниже указанных.

6 Подготовка к испытанию

6.1 Отбор проб

6.1.1 Отбор проб масел — по ГОСТ ISO 5555, ГОСТ 32190.

6.1.2 Пробы твердых масел должны быть полностью расплавлены на водяной бане при температуре не более чем на 10 °С выше их температуры плавления.

6.1.3 Испытуемую пробу масла тщательно перемешивают.

6.2 Подготовка тигля

Тигель прокаливают в печи при температуре 550 °С — 600 °С (при определении массовой доли общей золы высококислотных масел тигель прокаливают при температуре 500 °С — 550 °С), охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Примечание — К высококислотным маслам относят масла с кислотным числом более 10 мг KOH/г.

6.3 Приготовление раствора перекиси водорода с массовой долей приблизительно 10 %

В стакане вместимостью 150 см^3 смешивают 33 см^3 раствора перекиси водорода с массовой долей 30 % и 67 см^3 дистиллированной воды. Раствор применяют свежеприготовленным.

7 Проведение испытания

7.1 В тигель вносят 10 г (для нерафинированных масел, в том числе и высококислотных) и 20—25 г (для гидратированных и рафинированных масел) с записью результата до третьего десятичного знака.

7.2 Тигель помещают в песчаную баню или электроплитку, покрытую асбестом, опускают в масло бумажный фитиль из беззольной фильтровальной бумаги и зажигают его. По мере выгорания фитиля необходимо, не удаляя его остатки, опускать новый или вновь зажигать, если горение прекращается.

Примечание — Озоление необходимо проводить очень осторожно во избежание сильного воспламенения масла в вытяжном шкафу.

7.3 Когда полностью прекратится выделение паров и газов, а на дне тигля останется лишь сморщенная корочка, тигель переносят в печь и, постепенно повышая температуру, озоляют остаток в тигле при температуре не выше 600 °С в течение 1—4 ч в зависимости от того, насколько быстро образуется остаток, не содержащий углерода (цвет золы должен быть белым, без содержания черных частиц). Если после 4 ч озоления зола все еще содержит углерод (видимое наличие черных частиц), то в тигель добавляют несколько капель 10 %-ного раствора перекиси водорода, подсушивают на песчаной бане или электроплитке, покрытой асбестом, затем снова прокаливают в печи до полного удаления углерода (при необходимости подобную обработку повторяют).

На обезуглероживание остатка указывает внешний вид золы, цвет которой становится красно-коричневым (вследствие присутствия железа) или белым без черных частиц, остающихся в остатке.

7.4 Затем тигель вынимают из печи, слегка охлаждают, ставят в эксикатор и через 20—30 мин взвешивают с точностью до 0,001 г. Операции прокаливания, охлаждения в эксикаторе и взвешивания повторяют до тех пор, пока разница между двумя взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

7.5 Для высококислотных масел

7.5.1 После окончания озоления (см. 7.2) дают тиглю остыть и добавляют к осадку 10—20 см^3 дистиллированной воды. Полученный раствор количественно переносят на стеклянную воронку с фильтром из беззольной фильтровальной бумаги и собирают фильтрат в стакан вместимостью 50 см^3 или 100 см^3. Трижды ополаскивая тигель небольшими порциями дистиллированной воды.

7.5.2 Переносят фильтр с остатком в тигель и помещают в сушильный шкаф при температуре (103 ± 2) °С до полного высушивания бумаги. Переносят тигель на песчаную баню или электроплитку, покрытую асбестом, и осторожно нагревают, как указано в 7.2, до озоления.

7.5.3 Затем прокаливают в печи при температуре 500 °С — 550 °С до исчезновения углеродных частиц или до тех пор, пока внешний вид остатка не перестанет изменяться (цвет золы должен быть белым, без содержания черных частиц). Если в остатке все еще содержится углерод (видимое наличие черных частиц), добавляют несколько капель 10 %-ного раствора перекиси водорода, подсушивают на песчаной бане или электроплитке, покрытой асбестом, и снова прокаливают в печи до полного удаления углерода. На обезуглероживание остатка указывает внешний вид золы, цвет которой становится красно-коричневым (вследствие присутствия железа) или белым без черных частиц, остающихся в остатке. Тигель охлаждают.

7.5.4 Полученный фильтрат количественно переносят в тигель и выпаривают досуха на песчаной бане или электроплитке, покрытой асбестом. Добавляют 0,5—2 г карбоната аммония с целью карбонизации золы, затем прокаливают остаток в печи при температуре 500 °С — 550 °С. Охлаждают тигель в

эксикаторе и через 20—30 мин взвешивают с точностью до 0,001 г. Операции прокаливания, охлаждения и взвешивания повторяют до тех пор, пока разница между двумя взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

7.6 Допускается определять массовую долю общей золы по ГОСТ ISO 6884.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю общей золы в испытуемом масле X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m — масса навески испытуемого масла, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с золой, г.

8.2 Конечный результат выражается как среднее арифметическое двух параллельных определений. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,002 %.

8.3 Вычисления проводят до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

9 Метрологические характеристики метода

9.1 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых образцах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного и того же оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости r, указанного в таблице 1.

9.2 Воспроизводимость

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых образцах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости R, указанного в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Границы абсолютной погрешности ±Δ	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
0,003	0,002	0,004

УДК 543.062:006.354 МКС 67.200.10

Ключевые слова: немодифицированные и модифицированные растительные масла и их смеси, массовая доля общей золы, проведение испытания, обработка результатов

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 14.07.2025. Подписано в печать 18.07.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,65.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru