ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34168— 2017

УПАКОВКА

Определение изменения кислотного числа

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 13340
14 июня 2017 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок 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 республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр гигиены»

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 7 июня 2017 г. №99-П)

За принятие стандарта 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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе ГОСТ 31933-2012 «Масла растительные. Методы определения кислотного числа»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

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

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

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

УПАКОВКА
Определение изменения кислотного числа

Packing
Definition of changes in acid number

Дата введения

Предупреждение – Настоящий стандарт не рассматривает все вопросы безопасности, связанные с его использованием.

Внимание! Испытания, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, должны выполняться персоналом, прошедшим соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения изменения кислотного числа вытяжек из упаковки (укупорочного средства) в подсолнечное нерафинированное масло относительно контрольной пробы в диапазоне от 0,050 до 0,20 мг KOH/г титриметрическим методом с визуальной индикацией.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1129—2013 Масло подсолнечное. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 * Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

---

* На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-6—2002.

** На территории Республики Беларусь действует ГОСТ 1129—93.

Издание официальное

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные стандарты заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться действующими взамен стандартами. Если ссылочные стандарты отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **упаковка:** Изделие, которое используется для размещения, защиты, транспортирования, загрузки и разгрузки, доставки и хранения сырья и готовой продукции.

3.2 **укупорочное средство:** Изделие, предназначенное для укупоривания упаковки и сохранения ее содержимого.

3.3 **кислотное число:** Физическая величина, равная массе гидроокиси калия, выраженной в миллиграммах, необходимой для нейтрализации свободных жирных кислот и других нейтрализуемых щелочью сопутствующих триглицеридам веществ, содержащихся в 1 г масла.

Примечание — Кислотное число выражается в мг KOH/г.

3.4 **контрольная проба:** Подсолнечное нерафинированное масло, не имеющее контакта с исследуемой упаковкой (укупорочным средством).

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении разности между значением кислотного числа в масляной вытяжке из исследуемого образца упаковки (укупорочного средства) и значением кислотного числа контрольной пробы (нерафинированное подсолнечное масло). Кислотное число определяют при титровании растворов масляной вытяжки и контрольной пробы в смеси органических растворителей.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Средства измерений и лабораторная посуда

5.1.1 Весы лабораторные — по ГОСТ OIML R 76-1, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,01 г.

5.1.2 Колбы конические Кн-1-250-29/32 ТС — по ГОСТ 25336.

5.1.3 Бюретки номинальной вместимостью 2 $см^3$ — по ГОСТ 29251, 1-го класса точности.

5.1.4 Бумага фильтровальная лабораторная — по ГОСТ 12026.

5.2 Реактивы и растворы

5.2.1 Стандарт-титр натрия гидроокись молярной концентрацией c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$, с относительной погрешностью концентрации ±1 %, или стандарт-титр калия гидроокись молярной концентрацией c(KOH) = 0,1 моль/$дм^3$, с относительной погрешностью концентрации ±1 %.

Может быть использована калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., водный или спиртовой раствор молярной концентрацией c(KOH) = 0,1 моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2) и ГОСТ 25794.3 (пункт 2.4), или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., водный или спиртовой раствор молярной концентрацией c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$, приготовленный по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2) и ГОСТ 25794.3 (пункт 2.4).

5.2.2 Спирт этиловый технический — по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический — по ГОСТ 18300.

5.2.3 Хлороформ технический — по ГОСТ 20015.

5.2.4 Эфир диэтиловый — по ГОСТ 22300.

5.2.5 Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

5.2.6 Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709.

5.2.7 Масло подсолнечное нерафинированное высшего сорта, с кислотным числом не более 1,5 мг KOH/г — по ГОСТ 1129.

Примечание — Допускается применение аналогичных средств измерений, оборудования, посуды и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками и показаниями качества не хуже, чем у приведенных выше.

6 Требования безопасности

При выполнении анализа и работы с химическими реактивами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.030, а также требования, изложенные в технических документах на используемое оборудование и средства измерений.

Помещение лаборатории должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать допустимые значения по ГОСТ 12.1.005.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие требования настоящего стандарта.

8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха при работе — (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (84,0–106,7) кПа (630–800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха — не более 80 %.

9 Подготовка к проведению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: приготовление растворов и подготовка проб к измерению.

9.1 Приготовление растворов

9.1.1 Приготовление смеси растворителей

Спиртоэфирную смесь готовят из двух частей диэтилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 $см^3$ смеси. Смесь нейтрализуют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ до едва заметной розовой окраски.

Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей хлороформа и этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 $см^3$ смеси. Смесь нейтрализуют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ до едва заметной розовой окраски.

При использовании в качестве растворителя спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия, при использовании в качестве растворителя спиртохлороформной смеси — спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

9.2 Подготовка проб к измерению

Образец упаковки (укупорочных средств) при необходимости очищают от загрязнений, которые могут быть на поверхности, путем погружения его последовательно в две емкости с дистиллированной водой с последующим высушиванием на воздухе. Затем испытуемый образец упаковки (укупорочного средства) помещают в стеклянную емкость с нерафинированным подсолнечным маслом.

Соотношение площади поверхности испытуемого образца (с учетом площади всех его поверхностей) и объема модельной среды (нерафинированного подсолнечного масла) должно составлять 2 : 1.

При проведении испытания образца упаковки (укупорочного средства), изготовленного из комбинированных материалов, определение проводят только из слоя, непосредственно контактирующего с упаковываемой продукцией.

Продолжительность контакта испытуемого образца с модельной средой, а также температурный режим устанавливают в соответствии с требованиями [1] и/или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Для проведения испытания готовят параллельно две вытяжки в нерафинированное подсолнечное масло из одного образца упаковки (укупорочного средства).

Контрольную пробу выдерживают в условиях, аналогичных с испытуемыми образцами.

При наличии в модельных средах, контактировавших с образцом, изменения прозрачности и цвета данный образец не подлежит дальнейшему испытанию, данные об изменении прозрачности и цвета заносят в протокол испытания.

10 Проведение измерений

Определяют кислотное число в контрольной пробе и масляной вытяжке следующим образом.

В конические колбы отвешивают с точностью до второго десятичного знака 3–5 г контрольной пробы или масляной вытяжки из упаковки (укупорочного средства), приливают 50 см^3 нейтрализованной смеси растворителей и взбалтывают.

Полученные растворы при постоянном взбалтывании быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/дм^3 до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

При титровании водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/дм^3 количество спирта, применяемого вместе с эфиром или хлороформом, во избежание гидролиза раствора мыла должно не менее чем в пять раз превышать количество израсходованного раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

При определении кислотного числа в контрольной пробе и масляной вытяжке используют один и тот же раствор гидроокиси натрия (гидроокиси калия) с одним значением коэффициента поправки.

Определяют изменение кислотного числа в масляной вытяжке относительно контрольной пробы.

11 Обработка результатов

Кислотное число в контрольной пробе $X_к$, мг KOH/г, вычисляют по формуле

$$X_к = \frac{5{,}611 \times K \times V_к}{m_к}, \quad (1)$$

где 5,611 — коэффициент, равный значению расчетной массы KOH в 1 см^3 раствора KOH с концентрацией 0,1 моль/дм^3, а при использовании NaOH этот коэффициент получают путем умножения расчетной массы NaOH в 1 см^3 раствора концентрацией 0,1 моль/дм^3 (равной 4,0) на 1,4 – отношение молекулярных масс KOH и NaOH;

K — поправка к титру раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/дм^3;

$V_к$ — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование контрольной пробы, см^3;

$m_к$ — масса навески контрольной пробы, г.

За результат измерения кислотного числа в контрольной пробе $\overline{X}_к$, мг KOH/г, принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если относительное расхождение между ними не превышает 3,6 %

$$\overline{X}_к = \frac{X_{к1} + X_{к2}}{2}, \quad (2)$$

где $X_{к1}$, $X_{к2}$ — значения кислотного числа, полученные в каждом из двух параллельных измерений, мг KOH/г.

Изменение кислотного числа в масляных вытяжках из упаковки (укупорочного средства) X, мг KOH/г, рассчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{5{,}611 \times K \times V}{m} - \overline{X}_к, \quad (3)$$

где 5,611 — коэффициент, равный значению расчетной массы KOH в 1 см^3 раствора KOH с концентрацией 0,1 моль/дм^3, а при использовании NaOH этот коэффициент получают путем умножения расчетной массы NaOH в 1 см^3 раствора концентрацией 0,1 моль/дм^3 (равной 4,0) на 1,4 – отношение молекулярных масс KOH и NaOH;

K — поправка к титру раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/дм^3;

V — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия с концентрацией 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование масляной вытяжки из упаковки (укупорочного средства), см^3;

m — масса навески масляной вытяжки из упаковки (укупорочного средства), взятой для проведения испытаний, г;

$\overline{X}_к$ — результат определения кислотного числа в контрольной пробе.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов определений изменения кислотного числа в двух параллельных масляных вытяжках из одного образца упаковки (укупорочного средства), рассчитанное до трех значащих цифр, с последующим округлением результатов до двух значащих цифр, если выполнено условие приемлемости по 13.2

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (4)$$

где X_1, X_2 — изменение кислотного числа в двух параллельных масляных вытяжках, мг KOH/г.

12 Оформление результатов измерений

Окончательный результат определения изменения кислотного числа в вытяжках из образца упаковки (укупорочного средства) в подсолнечное нерафинированное масло представляют в следующем виде:

$$\overline{X} \pm U(X), \text{ мг KOH/г}, \quad (5)$$

где $U(X)$ — абсолютное значение расширенной неопределенности результата измерения $\overline{X}$, мг KOH/г, приведенное в 13.1.

13 Контроль точности результатов измерений

13.1 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 1

Диапазон измерений, мг KOH/г	Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $\sigma_{I(TO)}$, %	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %
От 0,050 до 0,20	13	16	37	43

Максимальная расширенная неопределенность определения изменения кислотного числа $U(X)$ составляет 0,030 мг KOH/г.

13.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерения изменения кислотного числа, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Рассчитывают абсолютное расхождение между результатами параллельных определений $|X_1 - X_2|$, значение которого сравнивают с абсолютным значением предела повторяемости $r_{абс}$. Абсолютное значение предела повторяемости $r_{абс}$, мг KOH/г, рассчитывают по формуле

$$r_{абс} = 0{,}01 \times r \times \overline{X}, \quad (6)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета из процентов в доли единицы;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, мг KOH/г;

r — относительное значение предела повторяемости, указанное в таблице 1, %.

Если для значения абсолютного расхождения между результатами двух параллельных определений выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r_{абс}, \quad (7)$$

то оба результата считают приемлемыми и в качестве результата измерений указывают среднеарифметическое значение $\overline{X}$, рассчитанное по формуле (3).

Если абсолютное значение разности превышает значение $r_{абс}$, то следует получить еще два результата. Если размах четырех результатов равен или меньше критического размаха, рассчитанного по формуле (9), то среднее арифметическое четырех результатов измерений, рассчитанное по формуле (10), должно указываться как конечный заявляемый результат

$$|X_{max} - X_{min}| \le CR_{0,95}, \quad (8)$$

$$CR_{0,95} = 0,01 \times 3,6 \times \sigma_r \times \overline{X}, \quad (9)$$

где σ_r — стандартное отклонение повторяемости, значения которого представлены в таблице 1, %;

0,01 — коэффициент пересчета из процентов в доли единицы;

3,6 — коэффициент критического размаха при $n = 4$;

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + X_4}{4}. \quad (10)$$

Если условие (8) не выполняется, то следует выяснить и устранить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и повторно провести определение изменения кислотного числа в вытяжках из упаковки (укупорочного средства) в подсолнечное нерафинированное масло согласно разделу 10.

13.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

Проверку приемлемости результатов измерений изменения кислотного числа, полученных в условиях промежуточной прецизионности, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Значение абсолютной разности между результатами двух определений изменения кислотного числа, полученных в условиях промежуточной прецизионности, не должно превышать абсолютное значение предела промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$:

$$|X_1 - X_2| \le r_{I(TO)\,абс}, \quad (11)$$

где X_1, X_2 — результаты двух измерений изменения кислотного числа, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мг KOH/г;

$r_{I(TO)абс}$ — абсолютное значение предела промежуточной прецизионности, рассчитанное по формуле

$$r_{I(TO)\,абс} = 0,01 \times r_{I(TO)} \times \overline{X}, \quad (12)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета из процентов в доли единицы;

$r_{I(TO)}$ — предел промежуточной прецизионности, значение которого приведено в таблице 1, %;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, мг KOH/г.

Результаты измерений должны быть получены с изменяющимися факторами «оператор» — «время».

При выполнении условия (11) оба результата считаются приемлемыми. При невыполнении условия (11) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля промежуточной прецизионности.

14 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образца упаковки (укупорочного средства);

c) информацию, касающуюся подготовки проб к измерению в соответствии с 9.2;

d) изменение кислотного числа, рассчитанное и выраженное в соответствии с разделом 11;

e) запись об изменении прозрачности и цвета и о прекращении испытания (при необходимости);

f) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

Библиография

[1] ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки (приложение 2)

УДК 621.798.08:543.554.2(083.74)(476) МКС **71.040.99**; 55.020
Ключевые слова: упаковка, укупорочное средство, изменение кислотного числа

gost.e-ecolog.ru