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
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 положения международного стандарта ISO 3657:2013 «Animal and vegetable fats and oils — Determination of saponification value» (Масла и жиры животные и растительные. Определение числа омыления)

Степень соответствия — неэквивалентная (NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 5478—90

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2018 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термин и определение 2
4 Условия проведения измерений 2
5 Сущность метода 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы 2
7 Подготовка к определению 2
8 Проведение анализа 3
9 Обработка результатов 3
10 Метрологические характеристики метода 4
11 Требования безопасности при проведении работ 4
12 Требования к квалификации оператора 4

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 стандарты:

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

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8682—93 (ИСО 383—76) Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые

ГОСТ 12601—76 Порошок цинковый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

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

ГОСТ 29251—91 (ИСО 383-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32190—2013 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю

* На территории Российской Федерации действует с 01.09.2014 ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

«Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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* вычисляют по формуле

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

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.

* 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 МКС 67.200.10

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

Редактор *Е.В. Лукьянова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 29.08.2018. Подписано в печать 10.09.2018. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении 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

gost.e-ecolog.ru