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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31933— 2012

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения кислотного числа

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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИЖ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 июня 2013 г. № 178-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31933—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52110—2003*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 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»

---

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 июня 2013 г. № 178-ст национальный стандарт ГОСТ Р 52110—2003 отменен с 15 февраля 2015 г.

© Стандартинформ, оформление, 2014, 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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Диапазоны измерений и метрологические характеристики методов . . . 2
4 Определения . . . 2
5 Сущность методов . . . 3
6 Отбор проб . . . 3
7 Титриметрический метод с визуальной индикацией . . . 3
7.1 Измерение кислотного числа светлых и рафинированных масел . . . 3
7.2 Измерение кислотного числа темных масел (нерафинированного хлопкового и других) с тимолфталеином . . . 4
8 Солевой метод . . . 5
9 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией . . . 6
10 Метод с применением горячего этилового спирта и индикатора (или изопропилового спирта без нагрева) . . . 6
11 Обработка результатов . . . 8
12 Оформление результатов измерений . . . 8
13 Требования техники безопасности . . . 8
Библиография . . . 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения кислотного числа

Vegetable oils. Methods for determination of acid value

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает методы определения кислотного числа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5471* Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 5477 Масла растительные. Методы определения цветности

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300** Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104*** Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363 Калия гидроокись. Технические условия

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

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 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

* Действует ГОСТ 32190—2013.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

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.

3 Диапазоны измерений и метрологические характеристики методов

3.1 Диапазоны измерения кислотного числа при определении методами:

- титриметрическим с визуальной индикацией 0,1—30,0 мг КОН/г;
- солевым 1,0—30,0 мг КОН/г;
- с применением горячего этилового спирта (или изопропилового спирта без нагрева) 0,05—30,0 мг КОН/г;
- титриметрическим с потенциометрической индикацией 0,2—30,0 мг КОН/г.

3.2 Метрологические характеристики методов при доверительной вероятности 0,95 изложены в таблице 1.

Таблица 1

Интервал кислотного числа, мг КОН/г	Границы погрешности		Предел повторяемости		Предел воспроизводимости	
	абсолютной, мг КОН/г	относительной, %	абсолютной, мг КОН/г	относительной, %	абсолютной, мг КОН/г	относительной, %
1 Титриметрические методы с визуальной индикацией						
До 0,2 включ.	0,02	—	0,015	—	0,03	—
Св. 0,2 до 0,4 включ.	0,08	—	0,05	—	0,11	—
» 0,4 » 1 »	0,1	—	0,07	—	0,14	—
» 1 » 6 »	—	7	—	5	—	10
» 6 » 30 »	—	10	—	7	—	14
Для хлопкового нерафинированного масла (индикатор тимолфталеин) св. 1 до 30 включ.	—	21	—	15	—	30
2 Солевой метод						
Св. 1 до 30 включ.	—	21	—	15	—	30
3 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией						
Св. 0,2 до 1 включ.	0,06	—	0,04	—	0,08	—
Св. 1 до 30 включ.:						
для светлых масел	—	7	—	5	—	10
для темных масел	—	21	—	15	—	30
4 Метод с применением горячего этилового спирта и индикатора (или изопропилового спирта без нагрева)						
Св. 0,05 до 1 включ.	8,5	—	6	—	12	—
» 1 » 6 »	4,5	—	3	—	6	—
» 6 » 30 »	2,8	—	2	—	4	—

4 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

кислотное число: Физическая величина, равная массе гидроокиси калия, мг, необходимой для нейтрализации свободных жирных кислот и других нейтрализуемых щелочью сопутствующих триглицеридам веществ, содержащихся в 1 г масла. Кислотное число выражается в мг КОН/г.

5 Сущность методов

Сущность всех приведенных в настоящем стандарте методов заключается в растворении определенной массы растительного масла в растворителях или смеси растворителей с последующим титрованием имеющихся свободных жирных кислот водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

6 Отбор проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 5471.

При экспортно-импортных поставках — по [1].

7 Титриметрический метод с визуальной индикацией

7.1 Измерение кислотного числа светлых и рафинированных масел

7.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более ±0,02 г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (50 ± 2) °С.

Баня водяная.

Секундомер.

Цилиндры 1(3)-50; 1(3)-100 или 1-500 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2-250-34(40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1-1(2, 3)-1(2)-1(2, 5, 10, 25, 50)-0,01(0,02, 0,05, 0,1) по ГОСТ 29251.

Стаканы В(Н)-1(2)-400 по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в интервале от 50 °С до 100 °С с ценой деления 1 °С—2 °С.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., водный или спиртовой раствор молярной концентрации *с* (КОН) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), приготовленные по ГОСТ 25794.1—83 по (2.2) и ГОСТ 25794.3—83 по (2.4).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 х. ч. или ч. д. а., водный или спиртовой раствор *с* (NaOH) = = 0,1 моль/дм^3, приготовленные по ГОСТ 25794.1—83 по (2.2) и ГОСТ 25794.3—83 по (2.4).

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Эфир этиловый очищенный или эфир медицинский.

Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь растворителей: спиртоэфирная или спиртохлороформная, приготовленная в соответствии с 7.1.2.1.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных.

7.1.2 Подготовка к измерению

7.1.2.1 Приготовление смеси растворителей

Спиртоэфирную смесь готовят по объему из двух частей этилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см^3 смеси.

Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей хлороформа и этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см^3 смеси.

Спиртоэфирную и спиртохлороформную смеси нейтрализуют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (КОН или NaOH) = 0,1 моль/дм^3 до едва заметной розовой окраски.

При использовании спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия; при использовании спиртохлороформной смеси — спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

7.1.2.2 Подготовка пробы

Прозрачное незастывшее растительное масло перед взятием навески для анализа хорошо перемешивают. При наличии в жидком масле мути или осадка, а также при анализе застывших масел часть лабораторной пробы (50 г) помещают в сушильный шкаф, в котором поддерживается температура (50 ± 2) °С, и нагревают до той же температуры. Затем масло перемешивают. Если после этого масло не становится прозрачным, его фильтруют в шкафу при температуре 50 °С.

7.1.3 Проведение измерения

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 взвешивают навеску массой 3—5 г с точностью до 0,01 г. Затем к навеске приливают 50 см^3 спиртоэфирной или спиртохлороформной нейтрализованной смеси. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием. Если при этом масло не растворяется, его нагревают на водяной бане, нагретой до (50 ± 2) °С, затем охлаждают до 15 °С—20 °С. К раствору добавляют несколько капель фенолфталеина. Полученный раствор масла при постоянном взбалтывании быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (KOH или NaOH) = 0,1 моль/дм^3 до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

При титровании водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (KOH или NaOH) = 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 кислотном числе масла свыше 6 мг KOH/г берут навеску масла массой 1—2 г с точностью до 0,01 г и растворяют ее в 40 см^3 нейтрализованной смеси растворителей.

При кислотном числе масла менее 4 мг KOH/г титрование ведут из микробюретки.

7.2 Измерение кислотного числа темных масел (нерафинированного хлопкового и других) с тимолфталеином

7.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

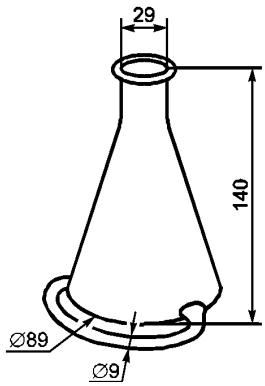

Рисунок 1 — Коническая колба с отводной трубкой

Для проведения определения дополнительно к указанным в 7.1.1 должны применяться:

- колбы конические с боковой отводной трубкой вместимостью 250 см^3 (рисунок 1);
- тимолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %;
- смесь растворителей: спиртоэфирная или спиртохлороформная, приготовленная в соответствии с 7.2.2.1;
- тинтометр Ловибонда с набором стеклянных фильтров и кюветой для слоя масла толщиной 10 мм.

7.2.2 Подготовка к измерению

7.2.2.1 Приготовление смеси растворителей

Спиртоэфирную смесь готовят из двух частей этилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением 1 см^3 раствора тимолфталеина на 50 см^3 смеси.

Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей этилового спирта и хлороформа с добавлением 1 см^3 раствора тимолфталеина на 50 см^3 смеси.

Спиртоэфирную и спиртохлороформную смеси нейтрализуют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (KOH или NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) до появления синей окраски.

При использовании спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия; при использовании спиртохлороформной смеси — спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

7.2.2.2 Подготовка образца

Подготовка образца — по 7.1.2.2.

Для определения массы навески определяют цветность масла по ГОСТ 5477 тинтометром Ловибонда в кювете для слоя масла толщиной 10 мм.

7.2.2.3 Проведение измерения

В коническую колбу с отводной трубкой взвешивают навеску масла массой 1—5 г с точностью до 0,01 г в зависимости от цветности, определенной по 7.2.2.2, в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Цветность масла, красные единицы	Навеска масла, г	Цветность масла, красные единицы	Навеска масла, г
До 20	5,0	От 51 до 60	2,5
От 21 » 30	4,5	» 61 » 70	2,0
» 31 » 40	4,0	» 71 » 80	1,5
» 41 » 50	3,0		

В колбу с навеской приливают 50 см^3 нейтрализованной смеси и взбалтывают до растворения масла. К смеси добавляют см^3 раствора тимолфталеина и быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (КОН или NaOH) = 0,1 моль/дм^3 при постоянном перемешивании содержимого колбы.

Перемешивание проводят так, чтобы жидкость перемешивалась в отводной трубке колбы.

Наблюдают за изменением окраски раствора масла во время титрования в тонком слое, находящемся в отводной трубке колбы.

Титрование ведут до тех пор, пока окраска раствора не изменится от желтой или красноватой до зеленовато-бурой или светло-синей.

Допускается измерение кислотного числа в темных маслах проводить по 7.1.

8 Солевой метод

8.1 Измерение кислотного числа нерафинированного хлопкового масла

8.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более ±0,02 г.

Колбы Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336 или специальные колбы для титрования вместимостью 200 см^3 (рисунок 2).

Бюретки 1-1(2, 3)-1(2)-5(25, 50)-0,02(0,05, 0,1) по ГОСТ 29251.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а. молярной концентрации *с* (КОН) = 0,25 моль/дм^3 (0,25 н.), водный или спиртовой раствор или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а. молярной концентрации *с* (NaOH) = 0,25 ммоль/дм^3 (0,25 н.), водный или спиртовой раствор, приготовленные по ГОСТ 25794.1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, 35 %—36 %-ный водный раствор.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с другими техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

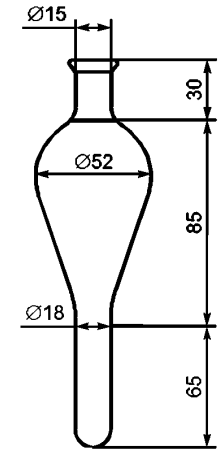

Рисунок 2 — Колба специальная для титрования

8.1.2 Подготовка к проведению измерений

Подготовка образца по 7.1.2.2.

8.1.3 Проведение измерений

В колбу для титрования взвешивают навеску масла массой 10 г с точностью до 0,01, приливают 50 см^3 35 %—36 %-ного нейтрализованного раствора хлористого натрия и 0,5 см^3 раствора фенолфталеина. Колбу закрывают пробкой и содержимое встряхивают, затем титруют водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (КОН или NaOH) = 0,25 моль/дм^3. При кислотном числе масла менее 4 мг КОН/г допускается применение раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (КОН или NaOH) = 0,1 моль/дм^3.

При титровании встряхивание повторяют каждый раз после прибавления 4—5 капель гидроокиси калия или гидроокиси натрия до исчезновения окраски нижнего слоя жидкости.

Когда окраска нижнего слоя начинает медленно исчезать, колбу встряхивают уже после прибавления 1—2 капель раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

Титрование ведут до появления устойчивой розовой окраски нижнего слоя жидкости.

9 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией

Метод применяется для всех видов растительных масел.

9.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более ±0,02 г.

pH-метры лабораторные (иономеры) с пределом измерений 0—14 единиц pH и ценой деления шкалы 0,01 или 0,05 единицы pH, снабженные стеклянными и хлорсеребряными электродами.

Стаканы В(Н)-1(2)-(100) по ГОСТ 25336.

Бюретки 1-1(2, 3)-1(2)-5(25, 50)—0,02(0,05, 0,1) по ГОСТ 29251.

Мешалка магнитная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., молярной концентрации *с* (КОН) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), водный или спиртовой раствор или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а. молярной концентрации *с* (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), водный по ГОСТ 25794.1 или спиртовой по ГОСТ 25794.3 растворы.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Эфир этиловый очищенный или эфир медицинский.

Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь растворителей спиртоэфирная или спиртохлороформная, приготовленная по 7.1.2.1.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

9.2 Подготовка к выполнению измерений

Подготовка образца — по 7.1.2.2.

9.3 Проведение измерений

В стакан взвешивают навеску масла массой 2—3 г и приливают 40 см^3 нейтрализованной смеси растворителей. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, включают ее и затем опускают в стакан электроды pH-метра так, чтобы они были погружены на глубину не менее 3 см.

Потенциометрическое титрование раствора масла проводят в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору, до эквивалентной точки в интервале pH 11—13. В точке эквивалентности стрелка мгновенно регистрирует «скачок потенциала» (резкий сдвиг по шкале).

10 Метод с применением горячего этилового спирта и индикатора (или изопропилового спирта без нагрева)

10.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более ±0,02 г.

Колбы Кн-2-250-34(40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1-1(2)-1(2)-5,10-0,01(0,02) по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1(3)-50(100) или 1-500 по ГОСТ 1770.

Баня водяная.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в интервале 50 °С—100 °С с ценой деления 1 °С—2 °С.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299, или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, или изопропиловый спирт.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 х. ч. или ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 х. ч. или ч. д. а.

Калия гидроокись, раствор в этиловом или изопропиловом спирте молярной концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) или 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.3—83 по (2.4).

Натрия гидроокись, раствор в этиловом или изопропиловом спирте молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) или 0,5 моль/дм^3 (0,5 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.3—83 по (2.4).

Фенолфталеин спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Тимолфталеин, в случае темноокрашенных масел — спиртовой раствор массовой долей 2 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

10.2 Подготовка пробы к выполнению измерений

Испытуемую пробу готовят по 7.1.2.2 или [2].

10.3 Проведение измерения

Берут две конические колбы. В одну колбу взвешивают с точностью до 0,01 г навеску испытуемой пробы масла массой, указанной в таблице 3, в зависимости от ожидаемого значения кислотного числа. Масса испытуемой пробы и концентрация титрующего раствора должны быть такими, чтобы объем раствора, пошедшего на титрование, не превышал 10 см^3; в зависимости от цвета масла (светлое или темное) выбирается индикатор.

Таблица 3

Ожидаемое значение кислотного числа, мг KOH/г	Масса испытуемой пробы, г
До 1	20,0
От 1 до 4 включ.	10,0
От 4 до 15 включ.	2,5
От 15 до 75 включ.	0,5
Более 75	0,1

Во вторую колбу вносят 50 см^3 этилового спирта, 0,5 см^3 фенолфталеина и нагревают на водяной бане до кипения. Затем сразу, пока температура спирта выше 70 °С, его осторожно нейтрализуют раствором гидроокиси калия молярной концентрации c (KOH) = 0,1 моль/дм^3 до слабовыраженного, но заметного изменения цвета до розового, устойчивого в течение 15 с. Далее содержимое второй колбы переливают в первую (с навеской), тщательно перемешивают, доводят до кипения и быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия, тщательно перемешивая в процессе титрования. Концентрацию щелочи выбирают в зависимости от ожидаемого значения кислотного числа испытуемой пробы.

При применении изопропилового спирта взамен этилового нагревать раствор испытуемой пробы не требуется. Применяемые индикаторы: фенолфталеин — для светлых масел, тимолфталеин — для темных масел.

Примечание — Для темноокрашенных масел могут требоваться большие объемы этилового спирта и индикатора, которые устанавливают экспериментально, обеспечивая оптимальные условия установления конца титрования. Соотношения между спиртом и фенолфталеином должны соответствовать соотношениям, применяемым для светлых масел (100:1).

11 Обработка результатов

11.1 Кислотное число масла X, мг КОН/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{5{,}611\,VK}{m},$$

где 5,611 — масса КОН в 1 см^3 раствора молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), мг, при использовании NaOH; получают умножением расчетной массы NaOH в 1 см^3 раствора молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), равной 4,0, на 1,4 — отношение молекулярных масс КОН и NaOH;

K — отношение действительной концентрации раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия к номинальной;

V — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации c (КОН или NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованного на титрование, см^3;

m — масса навески, г.

12 Оформление результатов измерений

12.1 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, приведенных в таблице 1.

При разногласиях в оценке качества продукции за результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов не менее чем четырех параллельных определений, полученных титриметрическими методами с визуальной или потенциометрической индикацией.

12.2 Вычисления выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением результатов до первого десятичного знака.

13 Требования техники безопасности

13.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

13.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу.

13.3 Необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.1.019.

13.4 Этиловый эфир горюч, легко воспламеним, обладает наркотическим действием.

13.5 Хлороформ негорюч, обладает общетоксическим и наркотическим действием.

Библиография

[1] ИСО 5555—91 Масла и жиры животные и растительные. Отбор проб

[2] ИСО 661—89 Масла и жиры животные. Подготовка испытуемой пробы

УДК 665.335.4.001.4:006.354 МКС 67.200.10

Ключевые слова: масло растительное, кислотное число, проба, навеска, растворители, индикатор, гидроокись натрия или калия, титриметрический метод, арбитражный метод, солевой метод, визуальная индикация, потенциометрическая индикация, титрование

Редактор *О.В. Рябиничева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 30.11.2019. Подписано в печать 06.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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 gost.e-ecolog.ru