ГОСТ Р 51410—99
(ИСО 729—88)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ

Определение кислотности масел

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки» (ГНУ ВНИИЗ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 2 «Зерно, продукты его переработки и маслосемена»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 29 декабря 1999 г. № 564-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст ИСО 729: 1988 «Семена масличных культур. Определение кислотности масел», кроме разделов 2, 5, 6

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2010 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СЕМЕНА МАСЛИЧНЫЕ

Определение кислотности масел

Oilseeds.
Determination of acidity of oils

Дата введения 2001—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания свободных жирных кислот в масличных семенах. Содержание свободных жирных кислот выражают или в виде кислотного числа масла, или в виде кислотности, рассчитываемой традиционным способом (в процентном отношении).

Кислотность допускается определять как в масле, полученном из семян масличных (семена с масличной примесью), так и (при необходимости) в масле, полученном отдельно из семян, и отдельно из масличной примеси.

Метод не применяют к семенам хлопчатника с прилегающим пухоотделением, а также для масла, извлекаемого из плодов пальмы и оливкового дерева.

Настоящий стандарт применяют при экспортно-импортных операциях и научно-исследовательских работах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 29142—91 (ИСО 542—90) Семена масличных культур. Отбор проб

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **кислотное число масла:** Количество, мг, гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г масла.

3.2 **кислотность:** Содержание свободных жирных кислот в процентном выражении (традиционное выражение).

В соответствии с видом анализируемого жира или масла кислотность может быть выражена, как показано в таблице 1.

Издание официальное

Т а б л и ц а 1 — Молярная масса кислот, принятых для выражения кислотности масла

Вид жира или масла	Вид кислоты	Молярная масса, г/моль
Кокосовое масло из копры, пальмоядровое масло, а также аналогичные масла с высоким содержанием лауриновой кислоты	Лауриновая	200
Все прочие жиры и масла	Олеиновая	282

Если результат анализа выражают как «кислотность», без дальнейшего определения, то имеется в виду кислотность, выраженная в виде олеиновой кислоты.

4 Сущность метода

Метод состоит в растворении масла, экстрагированного из семян в смеси диэтилового эфира с этиловым спиртом с последующим титрованием свободных жирных кислот спиртовым раствором гидроксида калия.

5 Реактивы

Все используемые реактивы должны быть квалификации чистый для анализа (ч.д.а.). Используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Диэтиловый эфир/этиловый спирт 95 %-ный по ГОСТ 17299, 1:1 (по объему).

Предупреждение. Диэтиловый эфир представляет собой легковоспламеняющееся вещество и может образовывать взрывоопасные перекиси. Обращаться с осторожностью.

Данную смесь нейтрализуют непосредственно перед употреблением добавлением спиртового раствора гидроксида калия (5.2) в присутствии 0,3 $см^3$ индикатора (5.3) на 100 $см^3$ данной смеси.

Примечание — Если нет возможности использовать диэтиловый эфир, допускается применение смеси этилового спирта и толуола по ГОСТ 5789. При необходимости этиловый спирт допускается заменять на пропанол-2.

5.2 Гидроксид калия по ГОСТ 24363, стандартный раствор в 95 %-ном (по объему) этиловом спирте, концентрации KOH = 0,1 моль/$дм^3$, либо, при необходимости, KOH = 0,5 моль/$дм^3$ (примечание 2 к 8.3).

Непосредственно перед использованием следует точно определить концентрацию раствора. Используют раствор, приготовленный не ранее, чем за 5 сут до проведения анализа, перелитый в стеклянную бутыль, прочно закрытую резиновой пробкой. Раствор должен быть либо бесцветным, либо соломенно-желтого цвета.

Примечание — Бесцветный стабильный раствор гидроксида калия можно приготовить следующим образом. В сосуде с обратным холодильником в течение 1 ч кипятят 1000 $см^3$ этилового спирта с 8 г гидроксида калия и 0,5 г алюминиевых стружек. Затем полученную смесь немедленно дистиллируют. В дистилляте растворяют необходимое количество гидроксида калия. Раствор отстаивают в течение нескольких дней, затем сливают прозрачную жидкость, освободив ее от осадка карбоната калия.

Раствор можно приготовить и без дистилляции следующим образом. К 1000 $см^3$ этилового спирта добавляют 4 $см^3$ бутилата алюминия и отстаивают смесь в течение нескольких дней. Отстоявшуюся жидкость следует слить и растворить в ней необходимое количество гидроксида калия. Раствор готов к употреблению.

5.3 Фенолфталеин по ГОСТ 4919.1. Раствор индикатора: 10 г/$дм^3$ фенолфталеина растворяют в 95 %-ном (по объему) этиловом спирте либо индикаторный раствор щелочного синего 6Б по ГОСТ 4919.1 (для сильно окрашенных масел), 20 г/$дм^3$ в 95 %-ном этиловом спирте.

6 Аппаратура

Применяют следующее лабораторное оборудование:

6.1 Установка для экстракции масла в соответствии с [1].

6.2 Бюретка, вместимостью 10 $см^3$, отградуированная по 0,05 $см^3$ по ГОСТ 29251.

6.3 Весы лабораторные общего назначения с допустимой погрешностью взвешивания ±0,01 г.

7 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 29142.

8 Проведение анализа

8.1 Экстракция

Экстракцию анализируемой пробы проводят немедленно после подготовки пробы в соответствии с методом, описанным в [1].

8.2 Взятие навески

В качестве навески берут весь полученный экстракт, освобожденный от растворителя, и взвешивают его с точностью до миллиграмма. Сразу после взвешивания приступают к анализу согласно 8.3.

8.3 Определение кислотности

Навеску (8.2) растворяют в 50—150 $см^3$ смеси диэтилового эфира с этиловым спиртом (5.1), предварительно нейтрализованной спиртовым раствором гидроксида калия концентрации 0,1 моль/$дм^3$ (5.2) в присутствии фенолфталеина или щелочного синего 6Б (до слабо-розового цвета в случае фенолфталеина или красноватого цвета в случае щелочного синего 6Б).

Затем раствор титруют при перемешивании спиртовым раствором гидроксида калия концентрации 0,1 моль/$дм^3$ (5.2), пока индикатор не изменит свой цвет (розовый в случае фенолфталеина или красный в случае щелочного синего 6Б на протяжении не менее 10 с).

Примечания

1 Допускается заменять спиртовой раствор гидроксида калия (5.2) на его водный раствор либо на раствор гидроксида натрия по ГОСТ 4328, если внесенный объем воды не вызывает отделения фаз.

2 Если объем использованного на титрование 0,1-молярного раствора гидроксида калия превышает 10 $см^3$, следует применить раствор концентрацией 0,5 моль/$дм^3$.

3 Если при титровании раствор замутнится, для его осветления добавляют необходимое количество смеси диэтилового эфира с этиловым спиртом.

4 Для сильно окрашенных кислот рекомендуется потенциометрический метод, описанный в [2].

8.4 Количество определений

Проводят два определения на одной и той же пробе.

9 Обработка результатов

9.1 Методы расчета

9.1.1 Расчет кислотного числа масла

Рекомендуется выражать результаты анализа в виде кислотного числа масла (3.1).

Кислотное число масла X, мг KOH, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V c\, 56{,}1}{m}, \qquad (1)$$

где V — объем стандартного раствора гидроксида калия, израсходованного на титрование, $см^3$;

c — точная концентрация стандартного раствора гидроксида калия, моль/$дм^3$;

m — масса навески, г (8.2);

56,1 — молекулярная масса гидроксида калия, г/моль.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух определений (8.4).

Результаты выражают с точностью до 0,01 мг.

9.1.2 Расчет кислотности масла

Кислотность масла может быть рассчитана из результатов, полученных в ходе определения кислотного числа масла.

Кислотность X_1, % (по массе), вычисляют по формуле

$$X_1 = V c \cdot \frac{M}{1000} \cdot \frac{100}{m} = \frac{V c M}{10 m}, \qquad (2)$$

где M — молярная масса кислот, принятых для выражения результатов анализа, г/моль (таблица 1);

V, c и m — имеют те же значения, что и в 9.1.1.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух определений (8.4).

Результаты выражают с точностью до 0,01 %.

9.1.3 Расчет кислотности масла, извлеченного из семян с примесью или без нее

При определении кислотности масла, извлеченного из примеси, следует, по возможности, взять для экстракции 10 г примеси.

Кислотное число масла X_2, мг KOH, и кислотность общего количества масла, извлекаемого из семян, X_3, % (по массе), вычисляют по формулам:

$$X_2 = \frac{a_1 w_{x1} w_{h1} + a_2 w_{x2} w_{h2}}{w_{x1} w_{h1} + w_{x2} w_{h2}}, \qquad (3)$$

$$X_3 = \frac{w_{p1} w_{x1} w_{h1} + w_{p2} w_{x2} w_{h2}}{w_{x1} w_{h1} + w_{x2} w_{h2}}, \qquad (4)$$

где a_1 — кислотное число масла, извлекаемого из семян без примеси, мг KOH;

a_2 — кислотное число масла, извлекаемого из примеси, мг KOH;

w_{h1} — содержание масла, извлекаемого из семян без примеси, % (по массе);

w_{h2} — содержание масла, извлекаемого из примеси, % (по массе);

w_{p1} — кислотность масла, извлекаемого из семян без примеси, % (по массе);

w_{p2} — кислотность масла, извлекаемого из примеси, % (по массе);

w_{x1} — содержание семян в полученной пробе, % (по массе);

w_{x2} — содержание мучки и масличной примеси в полученной пробе, % (по массе).

При расчете кислотности масла в земляных орехах:

w_{h2} — содержание масла в общем количестве мучки (мучки от семян и от масличной примеси) и масличной примеси, % (по массе);

w_{x1} — содержание семян (без мучки), % (по массе);

w_{x2} — содержание общего количества мучки и масличной примеси, % (по массе).

9.2 Допустимая погрешность анализа

Были проведены два международных межлабораторных испытания, в которых участвовали соответственно 14 лабораторий, каждая из которых провела по два определения (№ 1), и 18 лабораторий, каждая из которых провела по три определения (№ 2). Статистические результаты, полученные в соответствии с [3], представлены в таблице 2.

10 Отчет об анализе

В отчете об анализе должны быть представлены использованный метод анализа и полученные результаты с четким указанием способа выражения результатов и отношения их к маслу, извлеченному из семян в полученной пробе без масличной примеси, либо из семян с масличной примесью. В отчете следует также отразить все детали проведения анализа, не представленные в настоящем стандарте, либо сочтенные произвольными, а также подробности различных случаев, способных в той или иной степени повлиять на результаты анализа.

В отчет об анализе включают информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

Таблица 2 — Статистические результаты оценки межлабораторных испытаний по определению кислотного числа масел

Показатель	Рапс		Подсолнечник		Соя	
	Межлабораторное испытание		Межлабораторное испытание		Межлабораторное испытание	
	№ 1	№ 2	№ 1	№ 2	№ 1	№ 2
Число лабораторий, оставшихся после удаления аномальных значений испытаний	13	18	18	12	13	16
Средняя величина кислотного числа масла, мг КОН	0,98	1,55	1,44	2,26	1,82	1,96
Среднеквадратичное отклонение сходимости s_r, мг КОН	0,06	0,09	0,09	0,12	0,07	0,20
Коэффициент вариации сходимости, %	6,0	5,8	6,4	5,5	3,7	10,3
Сходимость (2,83 s_r), мг КОН	0,17	0,25	0,26	0,36	0,19	0,57
Среднеквадратичное отклонение воспроизводимости s_R, мг КОН	0,17	0,40	0,43	0,70	0,43	0,43
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	18,0	26,0	30,0	31,0	24,0	22,0
Воспроизводимость (2,83 s_R), мг КОН	0,48	1,14	1,23	1,98	1,22	1,21

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ИСО 659—88 Семена масличных культур. Определение содержания экстракта гексана (экстракта петролейного эфира), называемого «содержание масла»

[2] ИСО 660—96 Масла и жиры животные и растительные. Определение кислотного числа жира и кислотности

[3] ИСО 5725 Части 1—6: 1994:1996 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений

УДК 651.53.011.001.4:006.354 ОКС 67.200.20 С19 ОКСТУ 9709

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, семена масличные, химический анализ, определение содержания, кислотное число масла, кислотность

gost.e-ecolog.ru