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

Методы определения нежирных примесей и отстоя

Vegetable oils. Methods for determination of insoluble impurities

ГОСТ 5481—89

ОКСТУ 9141

Дата введения 1990—01—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает методы определения массовой доли нежировых примесей, не растворимых в петролейном эфире или бензине (нефрасе), и объемной доли отстоя, формирующегося при отстаивании масла.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 5471.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕЖИРОВЫХ ПРИМЕСЕЙ

Метод основан на отделении от масла не растворимых в петролейном эфире или низкокипящем бензине (нефрасе) нежировых примесей и последующем определении массовой доли этих примесей взвешиванием.

2.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3 или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С, максимальной температурой нагрева 200 °С.

Термометр по ГОСТ 28498.

Баня водяная.

Лабораторный вакуумнасос или водоструйный насос.

Металлические воронки для фильтрования под вакуумом (черт. 1, 2, приложения 1, 2).

Аппарат Сокслета, состоящий из насадки НЭТ 150 ТС по ГОСТ 25336, холодильника XIII-2—250—19/25 ХС по ГОСТ 25336, колбы II-1—250 29/32 ТС ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—250, В-1—400, Н-1—250, Н-1—400 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-24/10, СВ-34/12, СН-45/13, СН-60/14, СН-85/15 по ГОСТ 25336 или металлические бюксы тех же размеров по нормативно-технической документации.

Воронки В-75 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы 1—250, 1—500, 1—1000 по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2—140, 2—190, 2—250 по ГОСТ 25336 с покаленным хлористым кальцием.

Палочки стеклянные оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканов.

Пинцет.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026, обезжиренная.

Эфир петролейный или бензин (нефрас) по действующей нормативно-технической документации.

Кальций хлористый по ТУ 6—09—4711 прокаленный.

Допускается применение импортного лабораторного оборудования и приборов с метрологическими характеристиками не ниже, установленных стандартом.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Подготовка пробы масла*

Пробу масла хорошо перемешивают.

В холодное время года пробу масла, подвергшегося охлаждению, предварительно нагревают на водяной бане при температуре 50 °С в течение 30 мин, затем медленно охлаждают до 20 °С и перемешивают.

2.2.2. *Подготовка фильтров*

Из фильтровальной бумаги вырезают фильтры по размеру воронки.

Фильтры обезжиривают в аппарате Сокслета в течение 3 ч с применением того же растворителя, что и для анализа. По истечении указанного времени фильтры раскладывают под вытяжным устройством, выветривают до полного удаления запаха растворителя и помещают в стаканчики для взвешивания. Открытые стаканчики с фильтром сушат в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (103±3) °С, после чего стаканчики закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают, записывая результат до четвертого десятичного знака. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин сушки.

Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

2.2.3. *Подготовка воронок с плоской фильтрующей поверхностью (см. черт. 1) для фильтрования под вакуумом*

Подготовленные фильтры диаметром на 1—1,5 мм меньше диаметра сетки воронки прижимаются к сетке воронки при помощи шайбы и зажимной гайки. Воронку вставляют в колбу для фильтрования под вакуумом.

2.2.4. *Подготовка конусообразных воронок (см. черт. 2) для фильтрования под вакуумом*

Воронку вставляют в колбу для фильтрования. Подготовленные фильтры складывают обычным способом и смачивают растворителем. Фильтры помещают в воронку и, включив вакуумнасос, по возможности плотнее прижимают их к внутренней стенке воронки.

2.3. Проведение анализа

В стакан отвешивают около 100 г испытуемого масла (рафинированного) или 50 г испытуемого масла (нерафинированного), записывая результат до второго десятичного знака.

Пробу растворяют в равном количестве растворителя и фильтруют через фильтр.

Если раствор масла плохо фильтруется, то следует добавить в него растворитель.

Для ускорения фильтрования рекомендуется применять фильтрование под разрежением, создаваемым лабораторным вакуумнасосом или водоструйным насосом.

Со стакана смывают растворителем остатки пробы на тот же фильтр. Фильтр с нерастворимым остатком пробы промывают еще раз 50 $см^3$ растворителя, помещают в заранее приготовленный пакетик (по форме, сходной с пакетиком для лечебного порошка) и обрабатывают растворителем в аппарате Сокслета до полного удаления масла.

Конец экстракции устанавливают по отсутствию жира при пробе на полноту экстракции. Для этого, отсоединив от колбы экстрактор, наносят одну каплю раствора на часовое стекло. После испарения эфира на стекле не должно оставаться жирного пятна.

По окончании экстракции пакетик разворачивают, фильтр выветривают под вытяжным устройством для полного удаления запаха растворителя и помещают в стаканчик для взвешивания.

Открытый стаканчик с промытым фильтром помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 1 ч при температуре (103±3) °С, после чего стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают, записывая результат до четвертого десятичного знака. Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин сушки.

Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 г. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю нежировых примесей (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса анализируемой пробы масла, г;

m_1 — масса стаканчика с чистым фильтром, г;

m_2 — масса стаканчика с фильтром и нежировыми примесями, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

Допустимые абсолютные расхождения между двумя параллельными измерениями не должны превышать 0,03 %.

Для рафинированных масел результат измерения менее 0,03 % принимают за отсутствие нежирных примесей.

2.4.2. Доверительный интервал абсолютной погрешности 0,03 % в диапазоне значений массовой доли нежировых примесей более 0,04 % при доверительной вероятности 0,95.

2.4.3. Контроль проводится путем проверки воспроизведения нормы абсолютного значения расхождений между параллельными определениями, а также проверки окончания экстракции по отсутствию жира при пробе на полноту экстракции.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ ОТСТОЯ

Метод основан на образовании плотного осадка нежировых примесей масла, образующегося после обработки масла раствором хлористого кальция и ацетоном, отстаивании его в течение определенного промежутка времени и последующем определении объемной доли отстоя.

3.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Бюретки вместимостью 50 $см^3$.

Цилиндры 1—25; 1—50; 3—25; 3—50 по ГОСТ 1770.

Штативы.

Секундомер по НТД или часы песочные на 1 мин.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кальций хлористый по нормативно-технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение импортного лабораторного оборудования и приборов с метрологическими характеристиками не ниже установленных стандартом.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Приготовление раствора хлористого кальция*

Смесь,состоящую из 90 частей дистиллированной воды и 10 частей соляной кислоты,насыщают хлористым кальцием и хранят в закрытом сосуде при комнатной температуре.

3.2.2. *Подготовка пробы масла*

Пробу масла хорошо перемешивают.

3.3. Проведение анализа

В бюретку наливают 25 $см^3$ испытуемого масла, 25 $см^3$ ацетона и 10 $см^3$ раствора хлористого кальция и перемешивают в ней в течение 1 мин. Затем бюретку устанавливают в штативе в вертикальном положении и оставляют в покое при комнатной температуре в течение 24 ч.

По истечении указанного времени измеряют высоту слоя, находящегося между нижним прозрачным слоем раствора хлористого кальция и верхним прозрачным слоем масла в ацетоне.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Объемную долю отстоя (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \cdot 100}{25},$$

где h — высота слоя, находящегося между нижним прозрачным слоем раствора хлористого кальция и верхним прозрачным слоем масла в ацетоне,$см^3$;

25 — объем испытуемой пробы масла,$см^3$.

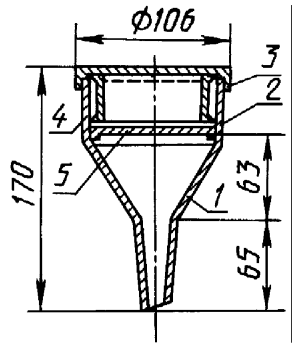
За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Допустимые абсолютные расхождения между двумя параллельными измерениями не должны превышать 0,4 %.

3.4.2. Доверительный интервал абсолютной погрешности среднего арифметического значения двух параллельных измерений не более 0,4 % в диапазоне значений объемной доли отстоя от 0,4 до 30 % (при доверительной вероятности 0,95).

3.4.3. Контроль проводится путем проверки воспроизведения нормы абсолютного значения расхождений между параллельными определениями.

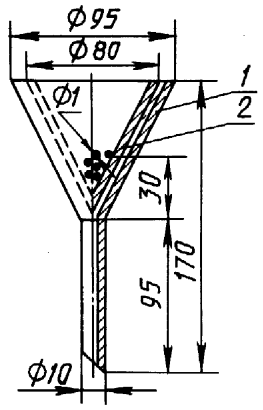
ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное



1 — коническая часть воронки; *2* — цилиндрическая часть воронки; *3* — зажимная гайка; *4* — шайба для прижатия фильтра к сетке; *5* — металлическая сетка для фильтрата

Черт.1

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное



1 — коническая часть с двойной стенкой; *2* — отверстия во внутренней стенке

Черт.2

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Госагропромом СССР

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 02.03.89 № 391

3 Срок первой проверки — 1993 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4 В стандарт введен международный стандарт ИСО 663—81

5 ВЗАМЕН ГОСТ 5481—66; ГОСТ 14083—68, в части п. 2.2

6 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	3.1
ГОСТ 2603—79	3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 5471—83	1.1
ГОСТ 6709—72	3.1
ГОСТ 12026—76	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 28498—90	2.1
ТУ 6—09—4711—81	2.1

7 Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

8 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Поправка к ГОСТ 5481—89 Масла растительные. Методы определения нежировых примесей и отстоя (см. Переиздание. Апрель 2003 г. и Сборник «Масла растительные. Методы анализа». Издание 2001 г.)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Наименование стандарта	нежирных примесей	нежировых примесей

(ИУС № 9 2008 г.)

gost.e-ecolog.ru