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

Методы определения мыла

ГОСТ 5480—59

Vegetable oils an natural fatty acids.
Methods for the determination of soap

ОКСТУ 9141

Дата введения 1960—07—01

Настоящий стандарт распространяется на масла растительные и устанавливает методы определения мыла в рафинированных маслах после щелочной рафинации, натуральных жирных кислотах.

Качественный метод — определяет отсутствие мыла (натриевых солей свободных жирных кислот) в рафинированных маслах после щелочной рафинации, натуральных жирных кислотах.

Количественные методы — определяют содержание мыла, оставшегося в масле после щелочной рафинации сырых масел, натуральных жирных кислотах.

Применение методов предусматривается в стандартах или технических условиях на каждый вид рафинированного масла.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТСУТСТВИЯ МЫЛА (качественный метод)

А. Аппаратура, реактивы, растворы

1. Плитка электрическая по ГОСТ 14919.
Асбест.
Стеклянные шарики или кусочки пемзы, или стеклянные капилляры.
Колбы Кн ($П_1$)-250 Тс по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1(3)—25(50, 100) по ГОСТ 1770.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Фенолфталеин по ТУ 6—09—536, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.
Спирт этиловый по ГОСТ 17299 или по ГОСТ 18300.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. **(Исключен, Изм. № 2).**

Б. Подготовка к испытанию

3. Отбор проб производят по ГОСТ 5471.
4. Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.
5. Масло берется для испытания в непрофильтрованном виде.

В. Проведение испытания

6. В конической колбе вместимостью 250 $см^3$ предварительно кипятят 50 $см^3$ дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина (при этом вода должна оставаться бесцветной), а затем добавляют около 10 $см^3$ испытуемого масла и кипятят в течение 5—10 мин.

Для равномерности кипения в колбу помещают кусочки пемзы или стеклянные капилляры.

По окончании кипячения колбу ставят на лист белой бумаги и добавляют еще несколько капель фенолфталеина.

gost.e-ecolog.ru

7. При отсутствии мыла в масле нижний слой в колбе после охлаждения должен оставаться бесцветным.

Чувствительность метода 0,02 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ СПИРТО-БЕНЗИНОВОГО РАСТВОРА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Термометр лабораторный, обеспечивающий температуру 100 °С.

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—10(25—50—100) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1(2)—2(5) — 0,01 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2(3)—1(2)—5(10) по ГОСТ 29169.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299 или по ГОСТ 18300 с массовой долей 95 %.

Бензин авиационный по ГОСТ 1012.

Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации c (H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

(При малых количествах мыла в рафинированных маслах следует пользоваться раствором кислоты концентрации c (HCl) или концентрации c (H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3).

Метиловый красный по ТУ 6—09—51—69, водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

9. **(Исключен, Изм. № 2).**

Б. Подготовка к испытанию

10. Подготовка к испытанию должна производиться в соответствии с пп. 3, 4 и 5 настоящего стандарта.

В. Проведение испытания

11. В коническую колбу берут навеску исследуемого масла массой 10 г, прибавляют 5 см^3 этилового спирта с массовой долей 95 % и 30 см^3 бензина и взбалтывают до полного растворения масла.

К полученной жидкости добавляют 50 см^3 дистиллированной воды, нагретой до 80—90 °С, взбалтывают до образования эмульсии, прибавляют 5 капель метилового красного и титруют из микробюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации c (H_2SO_4) или концентрации c (HCl)=0,1 или 0,01 моль/дм^3 (жидкость во все время титрования должна оставаться горячей). Прибавление кислоты при титровании производится малыми порциями: вначале по 3—4 капли, затем по 1 капле при интенсивном перемешивании жидкости. После прибавления каждой новой капли кислоты и энергичного перемешивания жидкости смеси дают расслоиться и наблюдают окраску нижнего водного слоя. Как только водный слой титруемой жидкости приобретает слегка розовый оттенок, титрование заканчивают.

В этой же колбе (после того как она будет вымыта) проводят контрольный опыт с точно таким же количеством спирта, бензина и воды, но без навески масла.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Г. Порядок расчета

12. Содержание мыла (X) в испытуемом масле в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot F \cdot 0{,}0304}{m} \cdot 100,$$

где V_1 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при основном опыте, $см^3$;

V_2 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при контрольном опыте, $см^3$;

F — отношение фактической мольной концентрации раствора соляной или серной кислоты к номинальной мольной концентрации растворов такой же концентрации;

0,0304 — количество мыла, соответствующее 1 $см^3$ раствора серной или соляной кислоты концентрации c (H_2SO_4) или концентрации c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$.

При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот концентрации c (H_2SO_4) или концентрации c (HCl) = 0,01 моль/$дм^3$ при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;

m — навеска масла, г.

Примечание. Допускается проводить определение содержания мыла с применением питьевой воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

13. Конечный результат выражается как среднее арифметическое из двух параллельных определений.

14. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,01 %.

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ АЦЕТОНОВОГО РАСТВОРА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Баня водяная.

Колбы Кн-1—250(500, 1000) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—50(100, 250) по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2—1000—1(2) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1(2) — 2 (5) — 0,01 по ГОСТ 29251.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/$дм^3$.

Бромфеноловый синий (щелочерастворимый) по ТУ 6—09—1058, раствор в ацетоне с массовой долей 0,01 %.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Б. Подготовка к испытанию

16. Приготовление реактивов

Для приготовления раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,01 % в ацетоне навеску бромфенолового синего массой 0,1 г растворяют в 20 $см^3$ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки ацетоном.

Для приготовления раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl)=0,01 моль/$дм^3$, 10 $см^3$ водного раствора соляной кислоты концентрации c (HCl)=1 моль/$дм^3$ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят до метки ацетоном.

Для установления значения K концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/$дм^3$ в колбу берут 10 $см^3$ раствора едкого натра концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/$дм^3$, добавляют 50 $см^3$ ацетонового раствора бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/$дм^3$ до перехода сине-зеленой окраски в желтую (до первоначальной окраски раствора индикатора). Делают три параллельных титрования и берут среднеарифметическую величину количества ($см^3$) соляной кислоты, пошедшей на титрование. Определяют K (HCl) — отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной концентрации HCl в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/$дм^3$ по формуле

$$K(\text{HCl}) = \frac{10 \cdot K(\text{NaOH})}{V},$$

где K(NaOH) —отношение фактической мольной концентрации раствора NaOH к номинальной мольной концентрации раствора NaOH концентрации c (NaOH)=0,01 моль/дм^3;

V— количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3, израсходованное на титрование, см^3.

17. Отбор проб и подготовку масел проводят по п. 3.4, саломасов — по ОСТ 28—262.

В. Проведение испытания

18. В сухую взвешенную коническую колбу берут от 5 до 40 г масла (в зависимости от содержания в нем мыла), приливают 50 см^3 раствора индикатора бромфенолового синего в ацетоне, хорошо встряхивают и дают расслоиться. При наличии мыла в масле верхний ацетоновый слой окрашивается в зелено-синий цвет.

Мыло оттитровывают раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl)=0,01 моль/дм^3 до перехода окраски верхнего слоя в желтый цвет, соответствующий цвету раствора индикатора. Титрование ведут при частом встряхивании и подогревании колбы в теплой воде до 30—40 °С.

Г. Обработка результатов

19. Массовую долю мыла (X) в исследуемом жире (масле) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K(\text{HCl}) \cdot V \cdot 0{,}304}{m},$$

где K(HCl) — отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной мольной концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3;

V — количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3, израсходованное на титрование, см^3;

0,304 — количество мыла, соответствующее 1 см^3 раствора концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм^3, умноженное на 100, г;

m — навеска масла (жира), г.

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

21. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 6 % при определении в одной и той же лаборатории, а расхождения между результатами, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 16 %.

15—21. **(Измененная редакция, Изм.№ 2).**

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫЛА В ЖИРАХ И МАСЛАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ИЗОПРОПИЛОВОГО СПИРТА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Колбы Кн-1—250 (500, 1000) по ГОСТ 25336.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1(2) — 2(5)—0,01 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1(3)—50(100, 250) по ГОСТ 1770.

Пипетка 2(3) — 1(2) — 5(10) по ГОСТ 29169.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, титрованный водный раствор концентрации c (HCl)=0,1 моль/дм^3.

2-Пропанол изопропиловый спирт по ТУ 6—09—402, х. ч.

Бромфеноловый синий по ТУ 6—09—1058, раствор в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Б. Подготовка к испытанию

23. Для приготовления нейтрализованного раствора изопропилового спирта к 1000 $см^3$ изопропилового спирта добавляют 5 $см^3$ раствора бромфенолового синего в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05 %. Затем смесь титруют раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$ до перехода зеленой окраски в желтую.

24. Отбор проб и подготовка растительных масел — по п. 3.4, саломаса — по ОСТ 28—262.

В. Проведение испытания

25. В коническую колбу берут навеску исследуемого масла или саломаса 10—50 г (в зависимости от ожидаемой массовой доли мыла). В колбу добавляют нагретый до 70—80 °С нейтрализованный изопропиловый спирт в количестве 50—250 $см^3$ (в зависимости от навески масла). Раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 10—15 мин до полного растворения жира и мыла. Добавляют несколько капель раствора бромфенолового синего и содержимое колбы титруют раствором соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$ до перехода зеленой окраски в желтую.

Г. Обработка результатов определения

26. Массовую долю мыла (X) в исследуемом жире (масле) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{1{,}05 \cdot V \cdot K \cdot 3{,}04}{m},$$

где 1,05 — коэффициент, учитывающий несоответствие перехода окраски индикатора значению pH эквивалентной точки титрования мыла;

V — количество раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 дм/$см^3$, израсходованное на титрование навески, $см^3$;

K — отношение фактической мольной концентрации HCl к номинальной мольной концентрации раствора HCl, определяемое при приготовлении;

m — масса навески жира, г;

3,04 — количество мыла, соответствующее 1 $см^3$ раствора c (HCl) = 0,1 моль/$дм^3$, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые относительные расхождения между параллельными определениями не должны превышать 15 % в диапазоне массовой доли мыла от 0,001 до 0,02 % и 7 % в диапазоне концентраций от 0,02 до 10 %.

Разд. IV. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским институтом жиров

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов от 31.10.59

3 Периодичность проверки — 5 лет

4 ВЗАМЕН ГОСТ 5480—55

5 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1012—72	8
ГОСТ 1770—74	1, 8, 15, 22
ГОСТ 2603—79	15
ГОСТ 3118—77	8, 15, 22
ГОСТ 4204—77	8
ГОСТ 5471—83	3
ГОСТ 6709—72	1, 8, 15, 22
ГОСТ 14919—83	1, 8, 22
ГОСТ 17299—78	1, 8
ГОСТ 18300—87	1, 8
ГОСТ 24104—88	8, 15, 22
ГОСТ 25336—82	1, 8, 15, 22
ГОСТ 29169—91	8, 22
ГОСТ 29251—91	8, 15, 22
ОСТ 28—262—81	17, 24
ТУ 6—09—51—69—84	8
ТУ 6—09—402—81	22
ТУ 6—09—536—87	1
ТУ 6—09—1058—87	15, 22

6 Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7 ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1980 г., июне 1990 г. (ИУС 12—80, 9—90)

gost.e-ecolog.ru