МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

## Метод определения неомыляемых веществ

ГОСТ 5479—64

Vegetable oils and natural fatty acids.
Method of determination of unsaponifiables

ОКСТУ 9141

Дата введения 1965—07—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и натуральные жирные кислоты и устанавливает метод определения массовой доли неомыляемых веществ.

Под неомыляемыми веществами подразумеваются вещества, входящие в состав жиров, которые не реагируют с едкими щелочами в условиях, при которых производится омыление, и извлекаются петролейным или серным эфиром из омыленного жира. Неомыляемые вещества в воде нерастворимы.

К группе неомыляемых составных частей жира относятся стерины, высокомолекулярные спирты, углеводороды, некоторые красящие вещества, а также другие специфические сопутствующие вещества, обусловливающие характерные вкус, запах и цвет жира.

Определение массовой доли неомыляемых веществ в растительных маслах и натуральных жирных кислотах позволяет судить о натуральности и чистоте продукта (отсутствие примесей минерального масла, парафина и т. п.).

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С, или аппаратура для высушивания под вакуумом.

Баня водяная.

Колбы Кн ($П_1$)-250 ТС по ГОСТ 25336.

Конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682.

Холодильники обратные трубчатые длиной 1 м — конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682.

Воронки ВД-1(3) 250,(500),(1000) ХС по ГОСТ 25336.

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

Воронки В-56 (75,100) — 80 (110,140,150) по ГОСТ 25336.

Эксикатор 1—2 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стеклянные шарики или кусочки пемзы.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., спиртовой раствор концентрации $c$ (КОН) = 2 моль/дм$^3$ и водный раствор с массовой долей 3—5 %.

Эфир петролейный по нормативно-технической документации (фракция, выкипающая при температуре 35—60 °С).

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ГОСТ 18300 с массовой долей 95 % и водный раствор с массовой долей 50 %.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—536, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.



gost.e-ecolog.ru

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

## Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Отбор проб растительных масел проводят по ГОСТ 5471, а натуральных жирных кислот — по ГОСТ 7580.

1, 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и перед проведением испытания фильтруют.

3а. Для приготовления спиртового раствора гидроокиси калия концентрации $c$ (KOH) = 2 моль/дм$^3$ 120 г гидроокиси калия, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 50 см$^3$ дистиллированной воды и разбавляют этиловым спиртом с массовой долей 95 % до 1000 см$^3$.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

## В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. В колбу для омыления отвешивают около 5 г масла или натуральных жирных кислот с точностью до 0,005 г и приливают 50 см$^3$ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации $c$ (KOH) = 2 моль/дм$^3$ и несколько стеклянных шариков или кусочков пемзы, препятствующих бурному кипению. Колбу соединяют с обратным холодильником, ставят в кипящую водяную баню и кипятят в течение 1 ч, периодически встряхивая. После этого прибавляют 50 см$^3$ воды и, если при этом жидкость мутнеет, производят повторное кипячение.

Содержимое колбы охлаждают, количественно переносят в делительную воронку и ополаскивают колбу несколько раз петролейным эфиром (общий объем 50 см$^3$).

Все промывные порции петролейного эфира переносят в ту же делительную воронку, сильно встряхивают ее в течение 1 мин, чтобы петролейный эфир тщательно смешался с раствором мыла. Смесь оставляют стоять до полного разделения ее на два слоя.

Мыльный раствор переводят в другую делительную воронку, встряхивают с новой порцией (50 см$^3$) петролейного эфира, дают отстояться, отделяют и экстрагируют мыльный раствор третий раз 50 см$^3$ петролейного эфира. Если по предварительным данным массовая доля неомыляемых веществ в определенном образце более 1 %, то экстракцию неомыляемых веществ из омыленного раствора петролейным эфиром проводят 6 раз.

Для того, чтобы избежать образования эмульсии добавляют 5—10 см$^3$ спирта или 2—3 капли 3—5 %-ного раствора едкого кали.

Соединенные эфирные вытяжки сначала промывают слабощелочным 50 %-ным спиртом, а затем для удаления остатков мыла повторно промывают порциями по 25 см$^3$ 50 %-ным спиртом (без щелочи) до тех пор, пока фенолфталеин не перестанет давать красного окрашивания промывной жидкости (предварительно разбавленной двойным-тройным объемом воды).

Промытую эфирную вытяжку количественно переносят в предварительно высушенную и взвешенную колбу, сливая раствор через воронку с бумажным фильтром.

Петролейный эфир отгоняют в водяной бане. Полученный остаток высушивают при температуре 80 °С до постоянной массы, взвешивая через каждые 15 мин.

За постоянную принимают массу, которая после 15-минутной сушки отличается от предыдущей не более чем на 0,001 г.

## Г. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

5. Массовую долю неомыляемых веществ в испытуемом масле в процентах ($X$) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где $m$ — навеска масла,г;

$m_1$ — масса остатка после высушивания,г.

4, 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. Конечный результат выражается как среднее арифметическое двух параллельных определений.

7. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля неомыляемых веществ,% | Допускаемые расхождения,% |
|---|---|
| Св. 0,1 до 0,5 | 0,15 |
| » 0,5 » 1,0 | 0,2 |
| » 1,0 » 2,0 | 0,3 |

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным комитетом по пищевой промышленности при Госплане СССР**

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов, мер и измерительных приборов от 29.07.64**

**3 ВЗАМЕН ГОСТ 5479—50**

**4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|
| ГОСТ 1770—74 | 1 |
| ГОСТ 5471—83 | 2 |
| ГОСТ 6709—72 | 1 |
| ГОСТ 7580—91 | 2 |
| ГОСТ 8682—93 | 1 |
| ГОСТ 12026—76 | 1 |
| ГОСТ 17299—78 | 1 |
| ГОСТ 18300—87 | 1 |
| ГОСТ 24104—88 | 1 |
| ГОСТ 24363—80 | 1 |
| ГОСТ 25336—82 | 1 |
| ТУ 6—09—536—87 | 1 |

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

**6 ИЗДАНИЕ с Изменением № 2, утвержденным в июне 1990 г. (ИУС 9—90)**



gost.e-ecolog.ru