МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения золы

ГОСТ 5474—66

Vegetable oils.
Method of determination of ash

ОКСТУ 9141

Дата введения 1968—01—01

Настоящий стандарт распространяется на масла растительные и жиры и устанавливает метод определения массовой доли общей золы.

Общей золой называется прокаленный минеральный остаток, образующийся после сжигания масла.

Применение метода предусматривается в нормативно-технической документации, устанавливающей технические требования к растительным маслам и жирам.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения массовой доли золы применяется следующая аппаратура и реактивы:

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147, высокие, наружным диаметром 55 мм, высотой 70 мм;

электрическая плитка по ГОСТ 14919;

баня песочная;

электрическая муфельная печь;

щипцы для тиглей;

эксикатор по ГОСТ 25336, исполнение 1, диаметр 180—290 мм;

весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или любые другие весы, обеспечивающие требуемую точность измерения;

фильтры беззольные;

шкаф сушильный лабораторный;

перекись водорода, раствор с массовой долей 10 % по ГОСТ 177;

карбонат аммония, х. ч., по нормативно-технической документации;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Отбор проб производят по ГОСТ 5471.

2.2. Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. 10 г (для нерафинированных масел и жиров, в том числе и высококислотных) и 20—25 г (для гидратированных, рафинированных и низкокислотных масел и жиров) отвешивают на весах второго класса точности с записью результата до четвертого знака в предварительно прокаленный, охлажденный в эксикаторе и взвешенный тигель и сжигают до полного озоления.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Сжигание необходимо производить очень осторожно во избежание сильного воспламенения масла, для чего тигель сначала помещают в песочную баню или электрическую плитку, покрытую асбестом, опускают в масло бумажный фильтр, сделанный из беззольного фильтра, и зажигают его. По мере выгорания фитиля необходимо, не удаляя остатки его, опускать новый или вновь зажигать, если горение прекращается. Когда совершенно прекратится выделение паров и газов, а на дне тигля останется лишь сморщенная корочка, тигель переносят в муфельную печь и, постепенно повышая температуру, озоляют остаток в тигле при температуре не выше 600 °С в течение 1—4 ч в зависимости от того, насколько быстро образуется остаток, не содержащий углерода. Если после 4 ч прокаливания зола все еще содержит углерод, то добавляют несколько капель перекиси водорода, подсушивают на песчаной бане и снова прокаливают в печи до полного удаления углерода (иногда подобную обработку необходимо повторить).

Затем тигель вынимают из муфельной печи, слегка охлаждают, ставят в эксикатор и через 20—30 мин взвешивают. Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Для высококислотных масел определение проводят по п. 3.1. Прокаливание пустого тигля в печи проводят при температуре 500—550 °С.

После обугливания дают тиглю остыть и переносят остаток в воду. Фильтруют через беззольный фильтр и собирают фильтрат в стакан.

Переносят фильтр с остатком в тигель и помещают в термостат при (103±2) °С до полного высушивания бумаги. Переносят тигель на плитку и осторожно нагревают, как указано в п. 3.1, до обугливания. Затем прокаливают в печи при температуре 500—550 °С до исчезновения углеродных частиц или до тех пор, пока внешний вид остатка не перестанет изменяться. Если в остатке все еще содержится углерод, повторяют процедуру с добавлением перекиси водорода, как указано в п. 3.1. Тигель охлаждают.

Полученный фильтрат количественно переносят в тигель и выпаривают досуха на песчаной бане. Добавляют 0,5—2 г карбоната аммония с целью карбонизации золы, затем прокаливают остаток в печи при температуре 500—550 °С. Охлаждают тигель в эксикаторе и через 20—30 мин взвешивают с точностью до 1 мг. Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы.

3.3. Допускается проводить испытание по ИСО 6884 в соответствии с приложением.

3.2, 3.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю золы в испытуемом масле (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески испытуемого масла в г;

m_1 — масса пустого тигля в г;

m_2 — масса тигля с золой в г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

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

4.3. Расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,002 %.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ИСО 6884—85
ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ

1. Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли золы, применимый для всех животных и растительных масел и жиров, включая высококислотные масла.

2. Ссылка

ГОСТ 5471—83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб.

3. Определение

В настоящем стандарте применяют следующее определение.

Зола — неорганический остаток, образующийся после сжигания, проводимого в описанных условиях и выражаемый массовой долей.

4. Сущность метода

Сжигание навески исследуемой пробы при определенной температуре с последующим взвешиванием полученного остатка.

5. Реактивы

Все используемые реактивы должны быть аналитически чистыми, а применяемая вода должна быть дистиллированной или эквивалентной чистоты.

5.1. Перекись водорода, 10 %-ный раствор (по объему).

5.2. Карбонат аммония.

6. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также аппаратура, указанная в пп. 6.1—6.6.

6.1. Тигель (низкий) вместимостью 50 $см^3$, желательно из кварца или платины.

6.2. Плитка или горелка.

6.3. Печь, обеспечивающая температуру 500—600 °С.

6.4. Фильтры бумажные, обеззоленные.

6.5. Баня водяная, кипящая.

6.6. Эксикатор.

7. Отбор проб

ГОСТ 5471.

8. Проведение испытания

8.1. Подготовка пробы

Пробу для анализа лабораторного образца готовят в соответствии с требованиями ГОСТ 5471.

8.2. Сырые и рафинированные жиры и масла

8.2.1. Прокаливают тигель (п. 6.1) в печи (п. 6.3) при температуре 550—600 °С, затем охлаждают его в эксикаторе (п. 6.6) и взвешивают с точностью до 1 мг. Взвешивают в тигле с точностью до 10 мг примерно 10 г образца (п. 8.1). Осторожно нагревают тигель на плитке или горелке (п. 6.2) в вытяжном шкафу до воспламенения образца.

Примечания:

1. При низких содержаниях золы можно взять большую навеску, добавляя последовательно по 10 г образца после начального озоления. При высоких содержаниях золы можно взять меньшую навеску. При большом количестве масла можно внести полоску обеззоленной фильтровальной бумаги и зажечь ее при нагревании масла на плитке.

2. Первоначальное обугливание можно проводить на входе в открытую печь, если она находится в вытяжном шкафу.

8.2.2. После обугливания содержимого тигель переносят в печь (п. 6.3) температурой 550—600 °С. Выдерживают его при этой температуре 4 ч или менее, если остаток, не содержащий углерода, образуется быстрее. Зола, не содержащая углерода, приобретает красновато-коричневый оттенок (вследствие присутствия железа) или становится белой, без черных частиц.

8.2.3. Если после 4 ч прокаливания зола все еще содержит углерод, то добавляют несколько капель перекиси водорода (п. 5.1), подсушивают на кипящей водяной бане (п. 6.5) и снова прокаливают в печи (п. 6.3) до полного удаления углерода.

Примечание. Иногда подобную обработку необходимо повторить.

8.2.4. Получив золу, не содержащую углерода, охлаждают тигель в эксикаторе (п. 6.6) и взвешивают его с точностью до 1 мг.

8.3. Высококислотные масла

8.3.1. Выполняют процедуру, описанную в п. 8.2.1, однако прокаливание пустого тигля в печи проводят при 500—550 °С.

8.3.2. После обугливания дают тиглю остыть и переносят остаток в воду. Фильтруют через обеззоленный фильтр (п. 6.4) и собирают фильтрат в стакан.

8.3.3. Переносят фильтр с остатком в тигель и помещают в термостат при (103±2) °С до полного высушивания бумаги. Переносят тигель на плитку или горелку и осторожно нагревают в соответствии с требованиями п. 8.2.1 до обугливания. Затем прокаливают в печи при температуре 500—550 °С до исчезновения углеродных частиц или до тех пор, пока внешний вид остатка не перестанет изменяться. Если в остатке все еще содержится углерод, повторяют процедуру, описанную в п. 8.2.3. Охлаждают тигель.

8.3.4. Переносят количественно фильтрат, полученный по п. 8.3.2, в тигель (п. 8.3.3). Выпаривают досуха на кипящей водяной бане (п. 6.5).

Добавляют 0,5—2 г карбоната аммония (п. 5.2) с целью карбонизации золы, затем прокаливают остаток в печи (п. 6.3) при температуре 500—550 °С.

Охлаждают тигель в эксикаторе (п. 6.6) и взвешивают с точностью до 1 мг.

9. Обработка результатов

Массовую долю золы в процентах вычисляют по формуле

$$\frac{100 \cdot (m_2 - m_1)}{m_0},$$

где m_0 — масса навески, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с золой, г.

10. Протокол испытания

В протоколе испытания должны быть указаны используемый метод и полученные результаты. Также должны быть отражены все условия, не предусмотренные настоящим стандартом, или факультативные, а также любые детали, могущие оказать влияние на полученные результаты.

Протокол должен включать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 11.10.66

3 Международный стандарт ИСО 6884—85 применен в качестве приложения

4 ВЗАМЕН ГОСТ 5474—50

5 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 177—88	1.1
ГОСТ 5471—83	2.1, приложение
ГОСТ 6709—72	1.1
ГОСТ 9147—80	1.1
ГОСТ 14919—83	1.1
ГОСТ 24104—88	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1

6 Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 29.12.91 № 2349

7 ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1981 г., августе 1986 г., декабре 1991 г. (ИУС 10—81, 11—86, 5—92)

gost.e-ecolog.ru