

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Методы определения мыла

Vegetable oils and natural fatty acids. Methods for determination of soap

МКС 67.200.10

Дата введения 2023-09-01

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены"

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением "Всероссийский научно-исследовательский институт жиров" (ВНИИЖиров)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 238 "Масла растительные и продукты их переработки"

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 марта 2023 г. N 160-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО "Национальный орган по стандартизации и метрологии" Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 апреля 2023 г. N 256-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5480-2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 5480-59

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему

на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге "Межгосударственные стандарты"

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на рафинированные растительные масла после щелочной нейтрализации и натуральные жирные кислоты и устанавливает качественный и количественные методы определения в них остаточного содержания мыла.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроксид. Технические условия

ГОСТ 4919.1-2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144.

ГОСТ 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 18300** Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878 "Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия".

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29039 Кислота олеиновая техническая. Приемка и методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 32190 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ ISO 10539 Жиры и масла животные и растительные. Метод определения щелочности

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации,

метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1

массовая доля мыла в растительном масле (soap in vegetable oil):
Количественное содержание в рафинированном растительном масле следов солей жирных кислот в пересчете на олеат натрия.

[ГОСТ 18848-2019, статья 25]

4 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от 15°C до 30°C;
- относительная влажность воздуха от 20% до 90%.

5 Сущность методов

Методы основаны на способности мыл гидролизироваться в растворах с образованием щелочи. Контроль степени щелочности осуществляется качественными и количественными методами.

6 Отбор проб

Отбор проб продуктов:

- растительного масла - по ГОСТ 32190;
- жирных кислот - по ГОСТ 29039.

Испытуемую пробу продукта тщательно перемешивают.

7 Качественный метод (определение отсутствия мыла)

7.1 Нижний предел обнаружения - 0,02%.

7.2 Вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

7.2.1 Плитка электрическая.

7.2.2 Колбы Кн-1(2)-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

7.2.3 Стеклянные шарики, кусочки пемзы или стеклянные капилляры.

7.2.4 Цилиндры 1(3)-25(50, 100)-1(2) по ГОСТ 1770.

7.2.5 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.2.6 Фенолфталеин, раствор по ГОСТ 4919.1-2016, пункт 43.

Допускается применение другого вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не ниже и реактивов по качеству не хуже указанных.

7.3 Проведение испытания

В конической колбе вместимостью 250 см³ предварительно кипятят в течение 5 мин 50 см³ дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина (при этом вода должна оставаться бесцветной), а затем добавляют около 10 см³ испытуемой пробы продукта и еще кипятят в течение 5-10 мин. Для равномерности кипения в колбу помещают стеклянные шарики, кусочки пемзы или стеклянные капилляры.

7.4 Обработка результатов

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

Бесцветный нижний слой жидкости в колбе после охлаждения свидетельствует об отсутствии мыла в пробе (качественная проба - отсутствие).

Окрашенный нижний слой жидкости в колбе после охлаждения свидетельствует о наличии мыла в пробе (качественная проба - наличие).

8 Метод определения массовой доли мыла титрованием спиртогексанового раствора

8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

8.1.1 Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,002$ г по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

8.1.2 Плитка электрическая.

8.1.3 Баня водяная.

8.1.4 Термометр лабораторный, обеспечивающий измерение температуры в интервале от 80°C до 90°C с ценой деления 1°C-2°C.

8.1.5 Колбы Кн-1(2)-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

8.1.6 Цилиндры 1(3)-25(50, 100)-1(2) по ГОСТ 1770.

8.1.7 Бюретка I-1(2, 3)-1(2)-2(5)-0,01(0,02) по ГОСТ 29251.

8.1.8 Пипетка 2-1(2)-5(10) по ГОСТ 29169.

8.1.9 Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации с (H₂SO₄)=0,1 моль/дм³ или с (H₂SO₄)=0,01 моль/дм³.

8.1.10 Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор концентрации с (HCl)=0,1 моль/дм³ или с (HCl)=0,01 моль/дм³.

8.1.11 Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

8.1.12 Гексан, х.ч., или петролейный эфир с температурой кипения 40°C-70°C по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

8.1.13 Метилловый красный, спиртоводный раствор с массовой долей 0,2%.

8.1.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не ниже и реактивов по качеству не хуже указанных.

8.2 Подготовка к испытанию

Для приготовления раствора метилового красного с массовой долей 0,2% в конической колбе взвешивают 0,2 г индикатора, растворяют в 60 см³ этилового спирта и добавляют 40 см³ воды.

8.3 Проведение испытания

В конической колбе взвешивают пробу продукта массой около 10 г с записью результата до третьего десятичного знака, приливают 5 см³ этилового спирта с массовой долей 95% и 30 см³ гексана или петролейного эфира и взбалтывают до полного растворения пробы. К полученному раствору добавляют 50 см³ дистиллированной воды, нагретой до 80°C-90°C, взбалтывают содержимое до образования эмульсии, прибавляют пять капель метилового красного и титруют из микробюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или $c(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³. Жидкость во время титрования должна оставаться горячей, в противном случае ее подогревают на водяной бане.

При низком содержании мыла в пробе продукта следует пользоваться раствором серной или соляной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³.

Прибавление кислоты при титровании производится малыми порциями: вначале по три-четыре капли, затем по одной капле при интенсивном перемешивании жидкости. После прибавления каждой новой капли кислоты и энергичного перемешивания смеси дают расслоиться и наблюдают окраску нижнего водного слоя. Как только водный слой титруемой жидкости приобретает слегка розовый оттенок, титрование заканчивают.

Выполняют контрольный опыт без пробы продукта с точно таким же количеством спирта, гексана (петролейного эфира) и воды.

8.4 Обработка результатов

8.4.1 Массовую долю мыла X , %, в испытуемом продукте вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0,0304}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где V_1 - объем раствора серной или соляной кислоты, израсходованный на титрование в основном опыте, см³;

V_2 - объем раствора соляной или серной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

K - коэффициент поправки, отношение фактической молярной концентрации раствора соляной или серной кислоты к номинальной;

0,0304 - количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора серной или соляной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0,1$ моль/дм³ или концентрации $c(\text{HCl})=0,1$ моль/дм³.

При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³ при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;

m - масса пробы, г;

100 - коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления производят до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

8.4.2 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

9 Метод определения массовой доли мыла титрованием ацетонового раствора

9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

9.1.1 Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,0002$ г по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

9.1.2 Баня водяная.

9.1.3 Стакан В-1-50(100) ТС по ГОСТ 25336.

9.1.4 Колбы Кн-1(2)-250(500, 1000)-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

9.1.5 Колба 2-1000-1(2) по ГОСТ 1770.

9.1.6 Цилиндры 1(3)-50(100, 250)-1(2) по ГОСТ 1770.

9.1.7 Бюретка I-1(2, 3)-1(2)-2(5)-0,01(0,02) по ГОСТ 29251.

9.1.8 Ацетон по ГОСТ 2603.

9.1.9 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор в ацетоне концентрации $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³.

9.1.10 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³.

9.1.11 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,01$ моль/дм³.

9.1.12 Бромфеноловый синий (щелочерастворимый), раствор в ацетоне с массовой долей 0,01%.

9.1.13 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не ниже и реактивов по качеству не хуже указанных.

9.2 Подготовка к испытанию

9.2.1 Приготовление раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,01% в ацетоне

В стакане взвешивают 0,1 г бромфенолового синего и растворяют в 20 см³ дистиллированной воды. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном. Раствор хранят в темном месте не более 1 мес.

9.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³

10 см³ водного раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl})=1$ моль/дм³, приготовленного по ГОСТ 25794.1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном. Концентрацию раствора проверяют не реже одного раза в семь дней.

9.2.3 Установление коэффициента поправки к номинальной концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне

В колбу, содержащую 10 см³ раствора гидроксида натрия концентрации $c(\text{NaOH})=0,01$ моль/дм³, добавляют 50 см³ ацетонового раствора бромфенолового синего (9.2.1) и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³ (9.2.2) до перехода сине-зеленой окраски в желтую (до первоначальной окраски раствора индикатора). Раствор гидроксида натрия концентрации $c(\text{NaOH})=0,01$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1 или из фиксанала.

Выполняют три параллельных титрования и берут среднее арифметическое значение объема (см³) соляной кислоты, пошедшего на титрование.

Определяют коэффициент поправки (отношение фактической молярной концентрации раствора соляной кислоты к номинальной) к концентрации $c(\text{HCl})=0,01$ моль/дм³ (K_{HCl}) по формуле

$$K_{\text{HCl}} = \frac{10 \cdot K_{\text{NaOH}}}{V}, \quad (2)$$

где 10 - объем раствора гидроксида натрия концентрации $c(\text{NaOH})=0,01$ моль/дм³, см³;

K_{NaOH} - коэффициент поправки (отношение фактической молярной концентрации раствора NaOH к номинальной) к концентрации $c(\text{NaOH})=0,01$ моль/дм³;

V - объем раствора соляной кислоты концентрации c (HCl)= $0,01$ моль/дм³, израсходованного на титрование, см³.

9.3 Проведение испытания

В конической колбе взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака пробу продукта массой от 5 до 40 г (в зависимости от предполагаемого содержания в нем мыла), приливают 50 см³ раствора индикатора бромфенолового синего в ацетоне (9.2.1), хорошо встряхивают и дают расслоиться. При наличии мыла в масле верхний ацетоновый слой окрашивается в зелено-синий цвет.

Содержимое колбы титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl)= $0,01$ моль/дм³ (9.2.2) до перехода окраски верхнего слоя в желтый цвет, устойчивый в течение 10 с, соответствующий цвету раствора индикатора. Титрование ведут при частом встряхивании и подогревании колбы на водяной бане с температурой 30°C-40°C.

9.4 Обработка результатов

9.4.1 Массовую долю мыла X , %, в испытуемом продукте вычисляют по формуле

$$X = \frac{K_{\text{HCl}} \cdot V \cdot 0,00304}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где K_{HCl} - коэффициент поправки (отношение фактической молярной концентрации раствора соляной кислоты к номинальной) к концентрации c (HCl)= $0,01$ моль/дм³;

V - объем раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование, см³;

0,00304 - количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации c (HCl)= $0,01$ моль/дм³;

m - масса пробы, г;

100 - коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления производят до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

9.4.2 За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

9.5 Допускается определять массовую долю мыла (щелочность в пересчете на олеат натрия) по ГОСТ ISO 10539.

10 Метод определения массовой доли мыла с применением изопропилового спирта

10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

10.1.1 Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,0002$ г по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

10.1.2 Плитка электрическая.

10.1.3 Баня водяная.

10.1.4 Колбы Кн-1(2)-250(500, 1000)-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

10.1.5 Бюретка I-1(2, 3)-1(2)-2(5)-0,01(0,02) по ГОСТ 29251.

10.1.6 Цилиндры 1(3)-50(100, 250)-1(2) по ГОСТ 1770.

10.1.7 Пипетка 2-1(2)-5(10) по ГОСТ 29169.

10.1.8 Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl)= $0,1$ моль/дм³.

10.1.9 Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805, абсолютированный.

10.1.10 Бромфеноловый синий, раствор в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05%.

10.1.11 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не ниже и реактивов по качеству не хуже указанных.

10.2 Подготовка к испытанию

10.2.1 Приготовление раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,05% в изопропиловом спирте

В конической колбе взвешивают 0,05 г раствора бромфенолового синего и растворяют в 130 см³ изопропилового спирта.

10.2.2 Приготовление нейтрализованного раствора изопропилового спирта

К 1000 см³ изопропилового спирта добавляют 5 см³ раствора бромфенолового синего в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05%. Затем смесь нейтрализуют раствором соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,1 моль/дм³ до перехода зеленой окраски в желтую.

10.3 Проведение испытания

В конической колбе взвешивают пробу продукта массой от 10 до 50 г (в зависимости от ожидаемого содержания в нем мыла) с записью результата до четвертого десятичного знака.

В колбу добавляют нагретый до 70°С-80°С нейтрализованный изопропиловый спирт в количестве 50-250 см³ (в зависимости от массы пробы) в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Масса продукта, г	Объем изопропилового спирта, см ³
10	50
30	150
50	250

Раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 10-15 мин до полного растворения пробы.

Добавляют несколько капель раствора бромфенолового синего и содержимое колбы титруют раствором соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,1 моль/дм³ до перехода зеленой окраски в желтую.

10.4 Обработка результатов

10.4.1 Массовую долю мыла X в испытуемом продукте, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{1,05 \cdot V \cdot K_{HCl} \cdot 0,0304}{m} \cdot 100, \quad (4)$$

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

V - объем раствора соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,1 моль/дм³, израсходованного на титрование, см³;

K_{HCl} - коэффициент поправки (отношение фактической молярной концентрации раствора соляной кислоты к номинальной) к концентрации с (HCl)=0,1 моль/дм³;

m - масса пробы, г;

0,0304 - количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,1

моль/дм³;

100 - коэффициент пересчета результата в проценты.

Вычисления производят до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

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

11 Метрологические характеристики методов

11.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на одном и том же анализируемом образце, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования за короткий промежуток времени не должно превышать предел повторяемости, r , при доверительной вероятности $P=0,95$.

11.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами определений, полученными в двух различных лабораториях, выполненных одним методом, на одном и том же анализируемом образце, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать предел воспроизводимости, R , при доверительной вероятности $P=0,95$.

11.3 Метрологические характеристики методов приведены в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Интервал значений массовой доли мыла	Границы погрешности, $\pm \Delta$		Предел повторяемости, r		Предел воспроизводимости, R	
	абсолютной	относительной	абсолютной	относительной	абсолютной	относительной
Метод определения титрованием спирто-гексанового раствора						
От 0,02	0,01		0,01		0,02	
Метод определения титрованием ацетонового раствора и метод с применением изопропилового спирта						
От 0,001 до 0,02 включ.		21		15		30
Св. 0,02		10		7		15

12 Требования безопасности при проведении работ

Помещение лаборатории должно быть оборудовано вытяжной вентиляцией.

Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами - по ГОСТ 12.1.007.

13 Требования к квалификации оператора

Анализ должен выполнять специалист, освоивший настоящую методику и прошедший инструктаж по технике безопасности в химической лаборатории.

УДК 543.612

МКС 67.200.10

Ключевые слова: масла растительные, жирные кислоты, мыло, методы испытаний, обработка результатов, требования безопасности

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: ФГБУ "РСТ", 2023