

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Метод определения неомыляемых веществ

Vegetable oils and natural fatty acids. Method for determination of unsaponifiable matter

Текст Сравнения ГОСТ 5479-2023 с ГОСТ 5479-64 см. по ссылке.
- Примечание изготовителя базы данных.

МКС 67.200.10

Дата введения 2024-08-01
с правом досрочного применения

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 ТК 238 "Масла растительные и продукты их переработки"

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 мая 2023 г. N 162-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 29 июня 2023 г. N 451-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5479-2023 введен в действие в качестве национального стандарта

Российской Федерации с 1 августа 2024 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ISO 18609:2000* "Жиры и масла животные и растительные. Определение неомыляемых веществ. Метод экстракции гексаном" ("Animal and vegetable fats and oils - Determination of unsaponifiable matter - Method using hexane extraction", NEQ)

* Доступ к международным и зарубежным документам, упомянутым в тексте, можно получить, обратившись в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 5479-64

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 немодифицированные и модифицированные растительные масла (далее - масла) и натуральные жирные кислоты (далее - жирные кислоты) и устанавливает метод определения массовой доли неомыляемых веществ.

Допускается определять массовую долю неомыляемых веществ в маслах методом, изложенным в приложении А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144-2018.

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия**

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878-2013 "Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия".

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 29039-91 Кислота олеиновая техническая. Приемка и методы испытаний

ГОСТ 32190 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

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 неомыляемых веществ в растительном масле:

Количественное содержание в растительном масле сопутствующих веществ, не реагирующих со щелочами, не разрушающихся при омылении растительного масла и извлекаемых петролейным эфиром из омыленного растительного масла.

Примечание - К неомыляемым веществам растительного масла относятся естественные примеси растительных масел (стерины, углеводороды, некоторые красящие вещества, вещества, обуславливающие вкус и запах, жирные спирты и т.п.), случайные примеси (минеральное масло, парафин и т.д.), продукты, образующиеся при переработке растительных масел (кетоны, углеводороды и др. вещества, получаемые в результате разложения жирных кислот при перегонке или длительном нагревании).

[ГОСТ 18848-2019, статья 24]

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 метода

Метод основан на омылении испытуемой пробы кипячением ее со спиртовым раствором гидроксида калия. Неомыляемые вещества экстрагируют из раствора полученного мыла легким петролейным эфиром. Растворитель отгоняют, остаток высушивают и взвешивают.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

6.1 Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

6.2 Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$.

6.3 Баня водяная.

6.4 Колбы П-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

6.5 Холодильник ХПТ-1-300(400)-29/32 ХС или ХШ-1-300(400)-29/32 ХС по ГОСТ 25336. Допускается использовать холодильник обратный воздушный длиной 1 м с конусом КШ 29/32.

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

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

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

6.9 Эксикатор 1(2)-190(250) по ГОСТ 25336 с эффективным осушителем.

6.10 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

6.11 Шарики стеклянные или кусочки пемзы.

6.12 Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации $c(\text{KOH})=2$ моль/дм³ и водный раствор с массовой долей 3%-5%.

6.13 Эфир петролейный (фракция с температурой кипения 40°C-70°C).

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

6.15 Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1%.

6.16 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования, посуды, материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных и реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

7 Подготовка к испытанию

7.1 Отбор проб

Отбор проб масла - по ГОСТ 32190, жирных кислот - по ГОСТ 29039.

7.2 Подготовка пробы

Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают и перед проведением испытания фильтруют. Пробу жирных кислот готовят по ГОСТ 29039-91 (подраздел 2.2).

7.3 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия концентрации $c(\text{KOH})=2$ моль/дм³

(112,0±0,5) г гидроокиси калия растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и разбавляют этиловым спиртом с массовой долей 95% до 1000 см³.

8 Проведение испытания

В колбе для омыления взвешивают приблизительно 5 г масла или жирных кислот с записью результата до 0,001 г, добавляют 50 см³ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации $c(\text{KOH})=2$ моль/дм³ 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. После этого прибавляют 50 см³ воды и, если при этом жидкость мутнеет, проводят повторное кипячение.

Содержимое колбы охлаждают, количественно переносят в делительную воронку и ополаскивают колбу несколько раз петролейным эфиром (общий объем 50 см³).

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

Мыльный раствор переносят в другую делительную воронку, встряхивают с новой порцией (50 см³)

петролейного эфира, дают отстояться, отделяют и экстрагируют мыльный раствор третий раз 50 см³ петролейного эфира. Если по предварительным данным массовая доля неомыляемых веществ в пробе более 1%, то экстракцию неомыляемых веществ из омыленного раствора петролейным эфиром проводят шесть раз.

Во избежание образования эмульсии добавляют 5-10 см³ этилового спирта или две-три капли 3%-5%-ного раствора гидроокиси калия.

Объединенные эфирные вытяжки для удаления остатков мыла промывают 50%-ным этиловым спиртом порциями по 25 см³ 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 на водяной бане. Колбу с остатком помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 80°С в течение 15 мин. Затем колбу с остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака. Процедуру повторяют до достижения постоянной массы, проводя высушивание каждый раз в течение 15 мин. Постоянную массу считают достигнутой, если расхождение между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,001 г.

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю неомыляемых веществ X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 - масса остатка после высушивания, г;

100 - коэффициент для выражения результата в процентах;

m - масса навески масла или жирных кислот, г.

9.2 За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

10 Метрологические характеристики метода

10.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности $P=0,95$, не должно превышать абсолютных значений пределов повторяемости r , указанных в таблице 1.

10.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности $P=0,95$, не должно превышать абсолютных значений пределов воспроизводимости R , указанных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля неомыляемых веществ	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
Св. 0,1 до 0,5	0,15	0,1	0,2
" 0,5 " 1,0	0,3	0,2	0,4

"	1,0	"	2,0		0,4		0,3		0,6
---	-----	---	-----	--	-----	--	-----	--	-----

Приложение А (справочное)

Метод определения неомыляемых веществ по ISO 18609:2000 (выписка)

4 Сущность метода

Жир или масло омыляют спиртовым раствором гидроокиси калия при кипячении с обратным холодильником. Неомыляемые вещества экстрагируют из мыльного раствора гексаном или легким петролевым эфиром. Растворитель выпаривают, остаток высушивают и взвешивают.

5 Реактивы

Следует использовать только реактивы известной аналитической степени чистоты, а также дистиллированную или деионизированную воду или воду эквивалентной степени чистоты.

5.1 н-гексан или легкий петролевым эфир с температурой кипения от 40°C до 60°C, с бромным числом менее 1. Оба растворителя не должны содержать осадка.

5.2 Спирт этиловый, 10%-ный раствор (по объему).

5.3 Фенолфталеин, раствор 10 г/л в 95%-ном (по объему) этиловом спирте.

5.4 Гидроокись калия, спиртовой раствор, с (KOH)~1 моль/л.

Растворяют 60 г гидроокиси калия в 50 мл воды и разбавляют до 1000 мл 95%-ным (по объему) этиловым спиртом. Раствор должен быть бесцветным или соломенно-желтым.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также нижеприведенное.

6.1 Колбы круглодонные вместимостью 250 мл с притертой пробкой.

6.2 Холодильник обратный со шлифом для присоединения колб (см. 6.1).

6.3 Воронки делительные вместимостью 250 мл с кранами и пробками из политетрафторэтилена.

6.4 Баня с кипящей водой.

6.5 Термостат, способный поддерживать температуру (103±2)°C, или аппарат для сушки под вакуумом, например ротационный испаритель или аналогичный аппарат.

9 Проведение испытания

9.1 Проба для испытания

Взвешивают в колбе вместимостью 250 мл (см. 6.1) приблизительно 5 г испытуемого образца с записью результата до 0,01 г.

9.2 Омыление

К пробе добавляют 50 мл раствора гидроокиси калия (см. 5.4) и несколько стеклянных или фарфоровых гранул для равномерного кипения. Колбу присоединяют к обратному холодильнику (см. 6.2) и осторожно кипятят содержимое в течение 1 ч. Прекращают нагревание. Добавляют 50 мл воды через верхнюю часть холодильника и перемешивают круговыми движениями.

9.3 Экстракция неомыляемых веществ

После охлаждения переносят раствор в делительную воронку вместимостью 250 мл (см. 6.3). Обмывают колбу и гранулы несколько раз гексаном (см. 5.1), используя всего 50 мл, и сливают эти экстракты в делительную воронку. Воронку закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 1 мин, периодически сбрасывая давление, переворачивая делительную воронку и осторожно открывая кран.

Оставляют до полного разделения двух фаз. Затем полностью спускают нижний слой во вторую делительную воронку.

Если образовалась эмульсия, разрушают ее, добавив небольшое количество спирта или концентрированного раствора гидроксида калия или раствора хлорида натрия.

Водно-спиртовой мыльный раствор экстрагируют аналогичным образом еще два раза, каждый раз с 50 мл гексана.

Собирают три гексановых экстракта в одну делительную воронку.

9.4 Промывка гексанового экстракта

Объединенные экстракты промывают три раза порциями по 25 мл раствора этилового спирта (см. 5.2), энергично встряхивая и сливая водно-спиртовой раствор после каждой промывки. Сливают каждый промывочный раствор, оставляя 2 мл в воронке, затем вращают делительную воронку вокруг своей оси. Дают отстояться в течение нескольких минут, сливают оставшийся водно-спиртовой слой и закрывают кран, когда раствор гексана достигнет отверстия крана.

Продолжают промывать раствором спирта до тех пор, пока промывные экстракты не перестанут окрашиваться в розовый цвет при добавлении капли раствора фенолфталеина (см. 5.3).

9.5 Отгонка растворителя

Переносят гексановый раствор количественно, при необходимости понемногу, через верхнюю часть делительной воронки в колбу вместимостью 250 мл (см. 6.1), предварительно высушенную при температуре 103°C в термостате (см. 6.5), затем охлажденную и взвешенную с точностью до 0,1 мг. Выпаривают растворитель на кипящей водяной бане (см. 6.4).

9.6 Высушивание остатка и определение

9.6.1 Высушивают остаток в течение 15 мин в термостате (см. 6.5) при температуре 103°C, помещая колбу в почти горизонтальное положение. Оставляют колбу остывать в эксикаторе и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

В качестве альтернативы колбу присоединяют к аппарату для высушивания под вакуумом (см. 6.5) и высушивают на кипящей водяной бане под максимальным вакуумом водяного насоса приблизительно 15 мин. Дают остыть до комнатной температуры под максимальным вакуумом водяного насоса, тщательно протирают колбу и взвешивают с точностью до 0,1 мг.

Повторяют высушивание в течение 15 мин до тех пор, пока потеря массы между двумя последовательными взвешиваниями не станет менее 1,5 мг. Если постоянная масса не достигается после трех периодов высушивания, вероятно, неомыляемые вещества загрязнены и определение следует повторить.

9.6.2 Если необходимо внести поправку на свободные жирные кислоты, остаток в колбе после взвешивания растворяют в 4 мл гексана (см. 5.1), а затем добавляют 20 мл этилового спирта, предварительно нейтрализованного до бледно-розового окрашивания в присутствии фенолфталеина (см. 5.3). Титруют стандартным спиртовым раствором гидроксида калия с концентрацией $c(\text{KOH})=0,1$ моль/л до такой же конечной окраски. Вычисляют массу свободных жирных кислот в пересчете на олеиновую кислоту и соответственно корректируют массу остатка (см. раздел 10).

9.7 Количество определений

Проводят два определения на одном и том же испытуемом образце.

9.8 Контрольное определение

Проводят контрольное определение, используя ту же процедуру и те же количества всех реактивов, но без испытуемой пробы. Если масса остатка превышает 1,5 мг, проверяют правильность выполнения определения и качество реактивов.

10 Обработка результатов

Массовую долю неомыляемых веществ, %, вычисляют по формуле

$$\frac{100 \cdot (m_1 - m_2 - m_3)}{m_0},$$

где 100 - коэффициент пересчета результата в проценты;

m_1 - масса остатка, г;

m_2 - масса остатка, полученного в контрольном определении, г;

m_3 - масса свободных жирных кислот (при наличии), г, равная $0,28 Vc$,

где V - объем спиртового раствора гидроксида калия, пошедший на титрование (см. 9.6.2), мл;

c - точная концентрация спиртового раствора гидроксида калия, моль/л;

m_0 - масса испытуемой пробы, г

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

11 Прецизионность метода

Подробная информация о межлабораторных испытаниях прецизионности метода приведена в приложении Б. Значения, полученные в межлабораторных испытаниях, могут быть неприменимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от указанных.

Приложение Б (справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Б.1 Участие

В совместном исследовании, организованном Институтом жиров Промышленно-технического центра, приняли участие 14 лабораторий из шести стран (Франция, Германия, Венгрия, Малайзия, Нидерланды, Великобритания).

Б.2 Образцы

Предоставлено три образца:

- образец А: сырое подсолнечное масло;
- образец В: сырое пальмовое масло;
- образец С: сырой животный жир.

Б.3 Результаты

В таблицах Б.1-Б.3 приведены результаты, полученные лабораториями для трех образцов А, В и С. В таблице Б.4 даны статистические результаты для каждого образца.

Две лаборатории исключены применительно к образцу А на основе теста Кохрана (лаборатория 6) и теста Диксона (лаборатория 9), один - к образцу С на основе теста Диксона (лаборатория 11), и не было ни одного исключения применительно к образцу В.

Средние значения содержания неомыляемых веществ для трех образцов находились в диапазоне 0,15%-0,58% (по массе).

Пределы повторяемости составляли около 0,06% (по массе), а значения коэффициента вариации повторяемости находились в диапазоне 3,6%-10,5%.

Пределы воспроизводимости составляли около 0,18% (по массе), а коэффициенты вариации воспроизводимости находились в диапазоне 9%-36%.

Таблица Б.1 - Образец А. Сырое подсолнечное масло

Лаборатория	Результат 1% (по массе)	Результат 2% (по массе)
1	0,56	0,58
2	0,541	0,545
3	0,51	0,52
4	0,62	0,58
5	0,57	0,63
6	0,78	0,61
7	0,54	0,51
8	0,64	0,62
9	0,89	0,89
10	0,54	0,57
11	0,62	0,64
12	0,6	0,63
13	0,68	0,68
14	0,56	0,52

Примечание - Лаборатория 6 исключена на основании теста Кохрана (5%); лаборатория 9 - на основании теста Диксона (5%).

Таблица Б.2 - Образец В. Сырое пальмовое масло

Лаборатория	Результат 1% (по массе)	Результат 2% (по массе)
1	0,35	0,33
2	0,262 5	0,248 5
3	0,37	0,32
4	0,30	0,30
5	0,35	0,42
6	0,44	0,45
7	0,35	0,3
8	0,35	0,35
9	0,18	0,18
10	0,25	0,32
11	0,51	0,48
12	0,24	0,26
13	0,34	0,32
14	0,38	0,34

Таблица Б.3 - Образец С. Сырой животный жир

Лаборатория	Результат 1% (по массе)	Результат 2% (по массе)
1	0,56	0,58
2	0,541	0,545
3	0,51	0,52
4	0,62	0,58
5	0,57	0,63
6	0,78	0,61
7	0,54	0,51
8	0,64	0,62
9	0,89	0,89
10	0,54	0,57
11	0,62	0,64
12	0,6	0,63

13	0,68	0,68
14	0,56	0,52
Примечание - Лаборатория 11 исключена на основании теста Диксона (5%).		

Таблица Б.4 - Статистический анализ результатов межлабораторных испытаний

Статистические данные	Сырое подсолнечное масло (образец А)	Сырое пальмовое масло (образец В)	Сырой животный жир (образец С)
Количество лабораторий	14	14	14
Количество лабораторий после исключения	12	14	13
Среднее значение, % (по массе)	0,58	0,33	0,15
Стандартное отклонение повторяемости S_r , %	0,02	0,03	0,02
Коэффициент вариации повторяемости, %	3,64	7,81	10,49
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R , %	0,05	0,08	0,05
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	8,99	24,63	36,32
Предел повторяемости r , %	0,06	0,07	0,04
Предел воспроизводимости R , %	0,15	0,23	0,16

УДК 543.062:006.354

МКС 67.200.10

NEQ

Ключевые слова: масла растительные, натуральные жирные кислоты, метод определения неомыляемых веществ, обработка результатов, метрологические характеристики

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