
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
31933—
2012

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения кислотного числа

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» Российской Академии сельскохозяйственных наук (ГНУ ВНИИЖ Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 3 декабря 2012 г. № 54-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 | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 июня 2013 г. № 178-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31933—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52110—2003

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

| | |
|--|---|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Диапазоны измерений и метрологические характеристики методов | 2 |
| 4 Определения | 2 |
| 5 Сущность методов | 2 |
| 6 Отбор проб | 3 |
| 7 Титриметрический метод с визуальной индикацией | 3 |
| 7.1 Измерение кислотного числа светлых и рафинированных масел | 3 |
| 7.2 Измерение кислотного числа темных масел (нерафинированного хлопкового и других) с тимолфталеином | 4 |
| 8 Солевой метод | 5 |
| 9 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией | 5 |
| 10 Метод с применением горячего этилового спирта и индикатора (или изопропилового спирта без нагрева) | 6 |
| 11 Обработка результатов | 7 |
| 12 Оформление результатов измерений | 7 |
| 13 Требования техники безопасности | 8 |
| Библиография | 8 |

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ**Методы определения кислотного числа**

Vegetable oils. Methods for determination of acid value

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает методы определения кислотного числа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 5477—93 Масла растительные. Методы определения цветности

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам

ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Диапазоны измерений и метрологические характеристики методов

3.1 Диапазоны измерения кислотного числа при определении методами:

- титриметрическим с визуальной индикацией 0,1—30,0 мг КОН/г;

- солевым 1,0—30,0 мг КОН/г;

- с применением горячего этилового спирта (или изопропилового спирта без нагрева) 0,05—30,0 мг КОН/г;

- титриметрическим с потенциометрической индикацией 0,2—30,0 мг КОН/г.

3.2 Метрологические характеристики методов при доверительной вероятности 0,95 изложены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

| Интервал кислотного числа, мг КОН/г | Границы погрешности | | Предел повторяемости | | Предел воспроизводимости | |
|---|----------------------|------------------|----------------------|------------------|--------------------------|------------------|
| | абсолютной, мг КОН/г | относительной, % | абсолютной, мг КОН/г | относительной, % | абсолютной, мг КОН/г | относительной, % |
| 1 Титриметрические методы с визуальной индикацией | | | | | | |
| До 0,2 включ. | 0,02 | — | 0,015 | — | 0,03 | — |
| Св. 0,2 до 0,4 включ. | 0,08 | — | 0,05 | — | 0,11 | — |
| » 0,4 » 1 » | 0,1 | — | 0,07 | — | 0,14 | — |
| » 1 » 6 » | — | 7 | — | 5 | — | 10 |
| » 6 » 30 » | — | 10 | — | 7 | — | 14 |
| Для хлопкового нерафинированного масла (индикатор тимолфталейн) св. 1 до 30 включ. | — | 21 | — | 15 | — | 30 |
| 2 Солевой метод | | | | | | |
| Св. 1 до 30 включ. | — | 21 | — | 15 | — | 30 |
| 3 Титриметрический метод с потенциометрической индикацией | | | | | | |
| Св. 0,2 до 1 включ. | 0,06 | — | 0,04 | — | 0,08 | — |
| Св. 1 до 30 включ.: для светлых масел | — | 7 | — | 5 | — | 10 |
| для темных масел | — | 21 | — | 15 | — | 30 |
| 4 Метод с применением горячего этилового спирта и индикатора (или изопропилового спирта без нагрева) | | | | | | |
| Св. 0,05 до 1 включ. | 8,5 | — | 6 | — | 12 | — |
| » 1 » 6 » | 4,5 | — | 3 | — | 6 | — |
| » 6 » 30 » | 2,8 | — | 2 | — | 4 | — |

4 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

кислотное число: Физическая величина, равная массе гидроксида калия, мг, необходимой для нейтрализации свободных жирных кислот и других нейтрализуемых щелочью сопутствующих триглицеридам веществ, содержащихся в 1 г масла. Кислотное число выражается в мг КОН/г.

5 Сущность методов

Сущность всех приведенных в настоящем стандарте методов заключается в растворении определенной массы растительного масла в растворителях или смеси растворителей с последующим титрова-

нием имеющихся свободных жирных кислот водным или спиртовым раствором гидроксида калия или гидроксида натрия.

6 Отбор проб

6.1 Отбор проб — по ГОСТ 5471.

При экспортно-импортных поставках — по [1].

7 Титриметрический метод с визуальной индикацией

7.1 Измерение кислотного числа светлых и рафинированных масел

7.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы:

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (50 ± 2) °С.

Баня водяная.

Секундомер.

Цилиндры 1(3)-50; 1(3)-100 или 1-500 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2-250-34(40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1-1(2, 3)-1(2)-1(2, 5, 10, 25, 50)-0,01(0,02, 0,05, 0,1) по ГОСТ 29251.

Стаканы В(Н)-1(2)-400 по ГОСТ 25336.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в интервале от 50 °С до 100 °С с ценой деления 1 °С—2 °С.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., водный или спиртовой раствор молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленные по ГОСТ 25794.1 (2.2) и ГОСТ 25794.3 (2.4).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 х. ч. или ч. д. а., водный или спиртовой раствор $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, приготовленные по ГОСТ 25794.1 (2.2) и ГОСТ 25794.3 (2.4).

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Эфир этиловый очищенный или эфир медицинский.

Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь растворителей: спиртоэфирная или спиртохлороформная, приготовленная в соответствии с 7.1.2.1.

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

7.1.2 Подготовка к измерению

7.1.2.1 Приготовление смеси растворителей

Спиртоэфирную смесь готовят по объему из двух частей этилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см³ смеси.

Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей хлороформа и этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см³ смеси.

Спиртоэфирную и спиртохлороформную смеси нейтрализуют раствором гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации $c(\text{KOH}$ или $\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ до едва заметной розовой окраски.

При использовании спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроксида калия или гидроксида натрия; при использовании спиртохлороформной смеси — спиртовым раствором гидроксида калия или гидроксида натрия.

7.1.2.2 Подготовка пробы

Прозрачное незастывшее растительное масло перед взятием навески для анализа хорошо перемешивают. При наличии в жидком масле мути или осадка, а также при анализе застывших масел часть лабораторной пробы (50 г) помещают в сушильный шкаф, в котором поддерживается температура

(50 ± 2) °С, и нагревают до той же температуры. Затем масло перемешивают. Если после этого масло не становится прозрачным, его фильтруют в шаффу при температуре 50 °С.

7.1.3 Проведение измерения

В коническую колбу вместимостью 250 см³ взвешивают навеску массой 3—5 г с точностью до 0,01 г. Затем к навеске приливают 50 см³ спиртоэфирной или спиртохлороформной нейтрализованной смеси. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием. Если при этом масло не растворяется, его нагревают на водяной бане, нагретой до (50 ± 2) °С, затем охлаждают до 15 °С—20 °С. К раствору добавляют несколько капель фенолфталеина. Полученный раствор масла при постоянном взбалтывании быстро титруют раствором гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации с (КОН или NaOH) = 0,1 моль/дм³ до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

При титровании водным раствором гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации с (КОН или NaOH) = 0,1 моль/дм³ количество спирта, применяемого вместе с эфиром или хлороформом, во избежание гидролиза раствора мыла должно не менее чем в пять раз превышать количество израсходованного раствора гидроксида калия или гидроксида натрия.

При кислотном числе масла свыше 6 мг КОН/г берут навеску масла массой 1—2 г с точностью до 0,01 г и растворяют ее в 40 см³ нейтрализованной смеси растворителей.

При кислотном числе масла менее 4 мг КОН/г титрование ведут из микробюретки.

7.2 Измерение кислотного числа темных масел (нерафинированного хлопкового и других) с тимолфталеином

7.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Для проведения определения дополнительно к указанным в 7.1.1 должны применяться:

- колбы конические с боковой отводной трубкой вместимостью 250 см³ (рисунок 1);
- тимолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %;
- смесь растворителей: спиртоэфирная или спиртохлороформная, приготовленная в соответствии с 7.2.2.1;
- тинтометр Ловибонда с набором стеклянных фильтров и кюветой для слоя масла толщиной 10 мм.

7.2.2 Подготовка к измерению

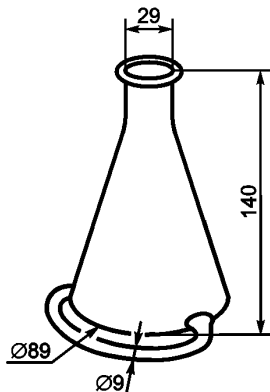
7.2.2.1 Приготовление смеси растворителей

Спиртоэфирную смесь готовят из двух частей этилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением 1 см³ раствора тимолфталеина на 50 см³ смеси.

Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей этилового спирта и хлороформа с добавлением 1 см³ раствора тимолфталеина на 50 см³ смеси.

Спиртоэфирную и спиртохлороформную смеси нейтрализуют раствором гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации с (КОН или NaOH) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) до появления синей окраски.

Рисунок 1 — Коническая колба с отводной трубкой



При использовании спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроксида калия или гидроксида натрия; при использовании спиртохлороформной смеси — спиртовым раствором гидроксида калия или гидроксида натрия.

7.2.2.2 Подготовка образца
Подготовка образца — по 7.1.2.2.

Для определения массы навески определяют цветность масла по ГОСТ 5477 тинтометром Ловибонда в кювете для слоя масла толщиной 10 мм.

7.2.2.3 Проведение измерения

В коническую колбу с отводной трубкой взвешивают навеску масла массой 1—5 г с точностью до 0,01 г в зависимости от цветности, определенной по 7.2.2.2, в соответствии с таблицей 2.

Т а б л и ц а 2

| Цветность масла, красные единицы | Навеска масла, г | Цветность масла, красные единицы | Навеска масла, г |
|----------------------------------|------------------|----------------------------------|------------------|
| До 20 | 5,0 | От 51 до 60 | 2,5 |
| От 21 » 30 | 4,5 | » 61 » 70 | 2,0 |
| » 31 » 40 | 4,0 | » 71 » 80 | 1,5 |
| » 41 » 50 | 3,0 | | |

В колбу с навеской приливают 50 см³ нейтрализованной смеси и взбалтывают до растворения масла. К смеси добавляют см³ раствора тимолфталейна и быстро титруют раствором гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации c (KOH или NaOH) = 0,1 моль/дм³ при постоянном перемешивании содержимого колбы.

Перемешивание проводят так, чтобы жидкость перемешивалась в отводной трубке колбы.

Наблюдают за изменением окраски раствора масла во время титрования в тонком слое, находящемся в отводной трубке колбы.

Титрование ведут до тех пор, пока окраска раствора не изменится от желтой или красноватой до зеленовато-бурой или светло-синей.

Допускается измерение кислотного числа в темных маслах проводить по 7.1.

8 Солевой метод

8.1 Измерение кислотного числа нерафинированного хлопкового масла

8.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы
Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Колбы Кн-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336 или специальные колбы для титрования вместимостью 200 см³ (рисунок 2).

Бюретки 1-1(2, 3)-1(2)-5(25, 50)—0,02(0,05, 0,1) по ГОСТ 29251.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а. молярной концентрации c (KOH) = 0,25 моль/дм³ (0,25 н.), водный или спиртовой раствор или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а. молярной концентрации c (NaOH) = 0,25 ммоль/дм³ (0,25 н.), водный или спиртовой раствор, приготовленные по ГОСТ 25794.1.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, 35 %—36 %-ный водный раствор.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталейн, спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с другими техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

8.1.2 Подготовка к проведению измерений

Подготовка образца по 7.1.2.2.

8.1.3 Проведение измерений

В колбу для титрования взвешивают навеску масла массой 10 г с точностью до 0,01, приливают 50 см³ 35 %—36 %-ного нейтрализованного раствора хлористого натрия и 0,5 см³ раствора фенолфталейна. Колбу закрывают пробкой и содержимое встряхивают, затем титруют водным раствором гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации c (KOH или NaOH) = 0,25 моль/дм³. При кислотном числе масла менее 4 мг KOH/г допускается применение раствора гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации c (KOH или NaOH) = 0,1 моль/дм³.

При титровании встряхивание повторяют каждый раз после прибавления 4—5 капель гидроксида калия или гидроксида натрия до исчезновения окраски нижнего слоя жидкости.

Когда окраска нижнего слоя начинает медленно исчезать, колбу встряхивают уже после прибавления 1—2 капель раствора гидроксида калия или гидроксида натрия.

Титрование ведут до появления устойчивой розовой окраски нижнего слоя жидкости.

9 Титриметрический метод с потенциметрической индикацией

Метод применяется для всех видов растительных масел.

9.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

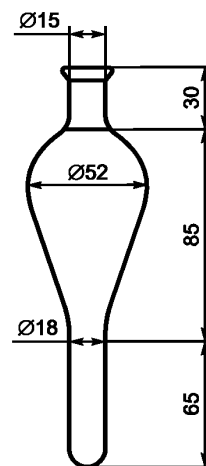


Рисунок 2 — Колба специальная для титрования

pH-метры лабораторные (иономеры) с пределом измерений 0—14 единиц pH и ценой деления шкалы 0,01 или 0,05 единицы pH, снабженные стеклянными и хлорсеребряными электродами.

Стаканы В(Н)-1(2)-(100) по ГОСТ 25336.

Бюретки 1-1(2, 3)-1(2)-5(25, 50)—0,02(0,05, 0,1) по ГОСТ 29251.

Мешалка магнитная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), водный или спиртовой раствор или натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а. молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), водный по ГОСТ 25794.1 или спиртовой по ГОСТ 25794.3 растворы.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Эфир этиловый очищенный или эфир медицинский.

Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь растворителей спиртоэфирная или спиртохлороформная, приготовленная по 7.1.2.1.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

9.2 Подготовка к выполнению измерений

Подготовка образца — по 7.1.2.2.

9.3 Проведение измерений

В стакан взвешивают навеску масла массой 2—3 г и приливают 40 см³ нейтрализованной смеси растворителей. Стакан устанавливают на магнитную мешалку, включают ее и затем опускают в стакан электроды pH-метра так, чтобы они были погружены на глубину не менее 3 см.

Потенциометрическое титрование раствора масла проводят в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору, до эквивалентной точки в интервале pH 11—13. В точке эквивалентности стрелка мгновенно регистрирует «скачок потенциала» (резкий сдвиг по шкале).

10 Метод с применением горячего этилового спирта и индикатора (или изопропилового спирта без нагрева)

10.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допустимой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г.

Колбы Кн-2-250-34(40, 50) ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1-1(2)-1(2)—5,10—0,01(0,02) по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1(3)-50(100) или 1-500 по ГОСТ 1770.

Баня водяная.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в интервале 50 °С—100 °С с ценой деления 1 °С—2 °С.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый технический (гидролизный) по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, или изопропиловый спирт.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 х. ч. или ч. д. а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 х. ч. или ч. д. а.

Калия гидроокись, раствор в этиловом или изопропиловом спирте молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) или 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.3 (2.4).

Натрия гидроокись, раствор в этиловом или изопропиловом спирте молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.) или 0,5 моль/дм³ (0,5 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.3 (2.4).

Фенолфталеин спиртовой раствор массовой долей 1 %.

Тимолфталеин, в случае темноокрашенных масел — спиртовой раствор массовой долей 2 %.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

10.2 Подготовка пробы к выполнению измерений

Испытуемую пробу готовят по 7.1.2.2 или [2].

10.3 Проведение измерения

Берут две конические колбы. В одну колбу взвешивают с точностью до 0,01 г навеску испытуемой пробы масла массой, указанной в таблице 3, в зависимости от ожидаемого значения кислотного числа. Масса испытуемой пробы и концентрация титрующего раствора должны быть такими, чтобы объем раствора, пошедшего на титрование, не превышал 10 см³; в зависимости от цвета масла (светлое или темное) выбирается индикатор.

Во вторую колбу вносят 50 см³ этилового спирта, 0,5 см³ фенолфталеина и нагревают на водяной бане до кипения. Затем сразу, пока температура спирта выше 70 °С, его осторожно нейтрализуют раствором гидроокиси калия молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ до слабояркого, но заметного изменения цвета до розового, устойчивого в течение 15 с. Далее содержимое второй колбы переливают в первую (с навеской), тщательно перемешивают, доводят до кипения и быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия, тщательно перемешивая в процессе титрования. Концентрацию щелочи выбирают в зависимости от ожидаемого значения кислотного числа испытуемой пробы.

При применении изопропилового спирта взамен этилового нагревать раствор испытуемой пробы не требуется. Применяемые индикаторы: фенолфталеин — для светлых масел, тимолфталеин — для темных масел.

Примечание — Для темноокрашенных масел могут требоваться большие объемы этилового спирта и индикатора, которые устанавливают экспериментально, обеспечивая оптимальные условия установления конца титрования. Соотношения между спиртом и фенолфталеином должны соответствовать соотношениям, применяемым для светлых масел (100:1).

Т а б л и ц а 3

| Ожидаемое значение кислотного числа, мг КОН/г | Масса испытуемой пробы, г |
|---|---------------------------|
| До 1 | 20,0 |
| От 1 до 4 включ. | 10,0 |
| От 4 до 15 включ. | 2,5 |
| От 15 до 75 включ. | 0,5 |
| Более 75 | 0,1 |

11 Обработка результатов

11.1 Кислотное число масла X , мг КОН/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{5,611VK}{m},$$

где 5,611 — масса КОН в 1 см³ раствора молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), мг, при использовании NaOH; получают умножением расчетной массы NaOH в 1 см³ раствора молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), равной 4,0, на 1,4 — отношение молекулярных масс КОН и NaOH;

K — отношение действительной концентрации раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия к номинальной;

V — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{KOH}$ или $\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, израсходованного на титрование, см³;

m — масса навески, г.

12 Оформление результатов измерений

12.1 За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, приведенных в таблице 1.

При разногласиях в оценке качества продукции за результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов не менее чем четырех параллельных определений, полученных титриметрическими методами с визуальной или потенциометрической индикацией.

12.2 Вычисления выполняют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением результатов до первого десятичного знака.

13 Требования техники безопасности

13.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

13.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить в вытяжном шкафу.

13.3 Необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.1.019.

13.4 Этиловый эфир горюч, легко воспламеним, обладает наркотическим действием.

13.5 Хлороформ негорюч, обладает общетоксическим и наркотическим действием.

Библиография

- [1] ИСО 5555—91 Масла и жиры животные и растительные. Отбор проб
[2] ИСО 661—89 Масла и жиры животные. Подготовка испытуемой пробы

УДК 665.335.4.001.4:006.354

МКС 67.200.10

Н69

Ключевые слова: масло растительное, кислотное число, проба, навеска, растворители, индикатор, гидроокись натрия или калия, титриметрический метод, арбитражный метод, солевой метод, визуальная индикация, потенциометрическая индикация, титрование

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 14.11.2013. Подписано в печать 22.01.2014. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 148 экз. Зак. 104.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru