

Изменение № 2 ГОСТ 5480—59 Масла растительные. Методы определения содержания мыла

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.06.90 № 1656

Дата введения 01.01.91

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Масла растительные и натуральные жирные кислоты. Методы определения мыла»

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

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 9141.

Вводная часть. Первый—третий абзацы дополнить словами: «натуральных жирных кислотах».

По всему тексту стандарта заменить слово и единицу: «содержания» на «массовая доля», мл на см³.

Раздел 1. Наименование дополнить словами: «(качественный метод)».

Подраздел А изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 224)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5480—59)

«А. Аппаратура, реактивы, растворы

1. Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Асбест.

Стекланные шарики или кусочки пемзы, или стекланные капилляры.

Колбы Кн (П₁)-250 Тс по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1 (3)—25 (50, 100) по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—536—87, спиртовой раствор с массовой долей

1 %.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299—78 или ГОСТ 18300—87».

Пункт 2 исключить.

Пункт 3. Заменить ссылку: ГОСТ 5471—59 на ГОСТ 5471—83.

Пункт 7 дополнить абзацем: «Чувствительность метода 0,02 ‰».

Раздел II. Подраздел А изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 225)

«А. Аппаратура, реактивы, растворы»

8. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Баня водяная.

Термометр лабораторный, обеспечивающий температуру 100 °С.

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1 (3)—10 (25—50—100) по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1 (2) — 2 (5) — 0,01 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 2 (3)—1 (2)—5 (10) по ГОСТ 20292—74.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299—78 или по ГОСТ 18300—87 с массовой долей 95 %.

Бензин авиационный по ГОСТ 1012—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, водный раствор концентрации c (H_2SO_4) = 0,1 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, водный раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³.

(При малых количествах мыла в рафинированных маслах следует пользоваться раствором кислоты концентрации c (HCl) или концентрации c (H_2SO_4) = 0,01 моль/дм³).

Метиловый красный по ТУ 6—09—51—69—84 водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72).

Пункт 9 исключить.

Пункт 11. Первый абзац изложить в новой редакции: «В коническую колбу берут навеску исследуемого масла массой 10 г, прибавляют 5 см³ этилового спирта с массовой долей 95 % и 30 см³ бензина и взбалтывают до полного растворения масла»;

второй абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствором серной кислоты» на «раствором серной или соляной кислоты концентрации c (H_2SO_4) или концентрации c (HCl) = 0,1 или 0,01 моль/дм³».

Пункт 12. Экспликацию изложить в новой редакции: « V_1 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при основном опыте, см³;

V_2 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованной на титрование при контрольном опыте, см³;

F — отношение фактической мольной концентрации раствора соляной или серной кислоты к номинальной мольной концентрации растворов такой же концентрации;

0,0304 — количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора серной или соляной кислоты концентрации c (H_2SO_4) или концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм³.

При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот концентрации c (H_2SO_4) или концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;

m — навеска масла, г».

Раздел III. Подразделы А, Б изложить в новой редакции:

«А. Аппаратура, реактивы, растворы»

15. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24204—88, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня водяная.

Колбы Кн-1—250 (500, 1000) по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1 (3)—50 (100, 250) по ГОСТ 1770—74.

Колбы мерные 2—1000—1 (2) по ГОСТ 1770—74.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1 (2) — 2 (5) — 0,01 по ГОСТ 20292—74.

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 раствор в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³.

Бромфеноловый синий (щелочерастворимый) по ТУ 6—09—1058—87, раствор в ацетоне с массовой долей 0,01 %.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709—72.

Б. Подготовка к испытанию 16. Приготовление реактивов

Для приготовления раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,01 % в ацетоне навеску бромфенолового синего массой 0,1 г растворяют в 20 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном.

Для приготовления раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³, 10 см³ водного раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 1 моль/дм³ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки ацетоном.

Для установления значения K концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ в колбу берут 10 см³ раствора едкого натра концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³, добавляют 50 см³ ацетонного раствора бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ до перехода сине-зеленой окраски в желтую (до первоначальной окраски раствора индикатора). Делают три параллельных титрования и берут среднеарифметическую величину количества (см³) соляной кислоты, пошедшей на титрование. Определяют K (HCl) — отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной концентрации HCl в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³ по формуле

$$K(\text{HCl}) = \frac{10 \cdot K(\text{NaOH})}{V},$$

где $K(\text{NaOH})$ — отношение фактической мольной концентрации раствора NaOH к номинальной мольной концентрации раствора NaOH концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³;

V — количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³, израсходованное на титрование, см³.

17. Отбор проб и подготовку масел проводят по п. 3.4, саломасов — по ОСТ 28—262—81».

Пункт 18. Второй абзац. Заменить слова: «Мыло оттитровывают 0,01 н. раствором соляной кислоты в ацетоне» на «Мыло оттитровывают раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³».

Подраздел Г изложить в новой редакции:

«Г. Обработка результатов

19. Массовую долю мыла (X) в исследуемом жире (масле) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{K(\text{HCl}) \cdot V \cdot 0,304}{m},$$

где K (HCl) — отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной мольной концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³;

V — количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³, израсходованное на титрование, см³;
0,304 — количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора концентрации c (HCl) = 0,01 моль/дм³, умноженное на 100, г;

m — навеска масла (жира), г.

20. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

21. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 6 % при определении в одной и той же лаборатории, а расхож-

(Продолжение см. с. 227)

деня между результатами, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 16 %».

Стандарт дополнить разделом — IV:

«IV. Определение массовой доли мыла в жирах и маслах с применением изопропилового спирта

А. Аппаратура, реактивы, растворы

22. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Баня водяная.

Колбы Кн-1—250, (500, 1000) по ГОСТ 25336—82.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1 (2)—2(5)—0,01 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры 1 (3)—50 (100, 250) по ГОСТ 1770—74.

Пипетка 2 (3) — 1 (2) — 5 (10) по ГОСТ 20292—74.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, титрованный водный раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³.

2. Пропанол изопропиловый спирт по ТУ 6—09—402—81, х. ч.

Бромфеноловый синий по ТУ 6—09—1058—87, раствор в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6703—72.

Б. Подготовка к испытанию

23. Для приготовления 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 титруют раствором соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ до перехода зеленой окраски в желтую.

24. Отбор проб и подготовка растительных масел — по п. 3.4, саломаса — по ОСТ 18—262—81.

В. Проведение испытания

25. В коническую колбу берут навеску исследуемого масла или саломаса 10—50 г (в зависимости от ожидаемой массовой доли мыла). В колбу добавляют нагретый до 70—80 °С нейтрализованный изопропиловый спирт в количестве

(Продолжение см. с 228)

(Продолжение изменения к ГОСТ 5480—59)

50—250 см³ (в зависимости от навески масла). Раствор нагревают на кипящей водяной бане в течение 10—15 мин до полного растворения жира и мыла. Добавляют несколько капель раствора бромфенолового синего и содержимое колбы титруют раствором соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ до перехода зеленой окраски в желтую.

Г. Обработка результатов определения

26. Массовую долю мыла (X) в исследуемом жире (масле) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{1,05 \cdot V \cdot K \cdot 3,04}{m},$$

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

V — количество раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ дм/см³, израсходованный на титрование навески, см³;

K — отношение фактической мольной концентрации HCl к номинальной мольной концентрации раствора HCl , определяемое при приготовлении;

m — масса навески жира, г;

3,04 — количество мыла, соответствующее 1 см³ раствора $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Допускаемые относительные расхождения между параллельными определениями не должны превышать 15 % в диапазоне массовой доли мыла от 0,001 до 0,02 % и 7 % в диапазоне концентраций от 0,02 до 10 %.

(ИУС № 9 1990 г.)