O'zDSt 2852:2013

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

СОАПСТОК

Технические условия

Издание официальное

Узбекское агентство стандартизации,
метрологии и сертификации

Ташкент 2013

Предисловие

1 Разработан и внесен: Ассоциацией предприятий пищевой промышленности, ООО «Yog tahlil servis».

2 Утвержден и введен в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от «10» 12 2013г. № 05-504

3 Взамен TSh 86-3:2008

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом агентством «Узстандарт».

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Республики Узбекистан принадлежит агентству «Узстандарт».

Содержание

Область применения.....1
Нормативные ссылки 1
Термины и определения.....2
Технические требования 3
Требования безопасности и
охрана окружающей среды 5
Правила приемки.....7
Методы контроля..... 8
Транспортирование и хранение 8
Гарантия изготовителя..... 9
Приложение «А».....10
Приложение «Б».....23
Библиографические данные.....27

STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
NAZORATINI AMALGA OSHIRISH VA

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

«СОАПСТОК»

Техникавий шартлар

«СОАПСТОК»

Технические условия

«SOAPSTOK»

Technical conditions

Дата введения с 18.12.2013
тенсаннотан

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на соапсток побочный продукт (осадок), получаемый при щелочной нейтрализации светлых растительных масел, хлопкового масла, саломаса и животных жиров, а также мисцелного масла и несмешанный ни с какими другими побочными продуктами и отходами.

Соапсток предназначается для промышленной переработки с целью получения жирных кислот.

Требования настоящего стандарта является обязательными и пригодны для сертификации.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135-2004	Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт – титры для приготовления буферных растворов – рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определение.
ГОСТ 8.404-80	Государственная система обеспечения единства измерений. Автоцистерны для пищевых жидкостей методы и средства поверки.
ГОСТ 12.1.004-91	ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
ГОСТ 12.1.005-88	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
ГОСТ 12.1.007-76	ССБТ. Вредные вещества. классификация и общие требования безопасности.
ГОСТ 12.1.044-89	ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ материалов номенклатура показателей и методы их определения.
ГОСТ 12.4.004-91	ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды, размещения и обслуживание.
ГОСТ 12.4.009-83	ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
414 son bilan
«10» 12 2013 yilda
qabul ro'yxatiga olindi

ГОСТ 12.4.011-89	ССБТ. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация.
ГОСТ 17.2.3.02-78	Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями.
ГОСТ 1770-74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.
ГОСТ 3118-77	Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.
ГОСТ 4204-77	Кислота серная. Технические условия.
ГОСТ 4328-77	Натрия гидроокись. Технические условия.
ГОСТ 5471-83	Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб.
ГОСТ 5962-67	Спирт этиловый ректификованный. Технические условия.
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия.
ГОСТ 9371-90	Брусья переводные деревянные клееные для железных дорог широкой колеи.
ГОСТ 9871-75	Термометры стеклянные ртутные, электроконтактные и терморегуляторы.
ГОСТ 10674-97	Вагоны-цистерны магистральных железных дорог колеи 15-20mm. Общие технические условия.
ГОСТ 11246-96	Шрот подсолнечный. Технические условия.
ГОСТ 12026-76	Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.
ГОСТ 14919-83	Электроплитка бытовая. Технические условия.
ГОСТ 17299-78	Спирт этиловый технический. Технические условия.
ГОСТ 18300-87	Спирт этиловый ректификованный. Технические условия.
ГОСТ 24104-2001	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия.
ГОСТ 24363-80	Калия гидроокись. Технические условия.
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные, стеклянные. Типы и основные параметры и размеры.

Примечание: При пользовании настоящим стандартом необходимо проверить действие ссылочных стандартов по указателю стандартов, который составлен по состоянию на 1 января текущего года и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. 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 применены следующие термины и определения:

- соапсток - осадок, образующийся в процессе щелочной нейтрализации растительного масла и состоящий из натриевых солей жирных кислот, нейтрализованного масла, фосфатидов или продуктов их омыления, неомыляемых веществ, пигментов и влаги;

- масло хлопковое – масло полученное из предварительно обработанных хлопковых семян;

- светлые растительные масла - масло полученное из предварительно обработанных масличных культур (соя, сафлор, подсолнечник и т.д.);

- животный жир – жир, представляющий собой смесь триглицеридов высших жирных кислот и сопутствующих им веществ, извлекаемых из жировых тканей животных;

- саломас – продукт отверждения растительных масел, жиров и жирных кислот гидрогенизацией.

4 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

4.1 В зависимости от вида нейтрализуемых масел и жиров соапстоки подразделяются на следующие виды, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Ассортиментное наименование	**Код ОКП**
Соапсток из светлых растительных масел	9146711100
Соапсток из хлопкового масла	9146721100
Соапсток из саломаса и животных жиров	9146731100
Соапсток мисцельный	9146721299

4.2 Соапсток должен соответствовать требованиям настоящего стандарта и вырабатываться по технологическим инструкциям, утверждённым в установленном порядке.

4.3 По органолептическим показателям соапсток должен соответствовать требованиям, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Наименование показателей	Характеристики			
	Соапсток из светлых растительных масел	Соапсток из хлопкового масла	Соапсток из саломаса и животных жиров	Соапсток мисцельный
Цвет	От желтого до светло-коричневого с оттенком коричневого цвета исходного масла	От коричневого до тёмно-коричневого	От желтого до тёмно-желтого с сероватым оттенком	От тёмно-желтого до коричневого
Консистенция при 20^0 С	Жидкая или мазеобразная			
Запах	Специфический, свойственный соапстоку, полученному из различных масел и жиров; допускается слабый запах продуктов разложения органических веществ; не допускается запах нефтепродуктов, бензина			
Посторонние твёрдые примеси	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие	Отсутствие

4.4 По физико-химическим показателям соапсток должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 3.

Таблица 3

Наименование показателей	Нормы			
	Соапсток из светлых растительных масел	Соапсток из хлопкового масла	Соапсток из саломаса и животных жиров	Соапсток мисцельный
Массовая доля общего жира, %, не менее	25,0	35,0	25,0	25,0
Массовая доля жирных кислот, %, не менее	15,0	Не определяется	15,0	Не определяется
Массовая доля жирных кислот и нежировых веществ, %, не менее	Не определяется	30,0	Не определяется	22,0
Температура вспышки, ^{0}C	-	-	-	Вспышка отсутствует
Массовая доля бензина в соапстоке, %, не более	-	-	-	0,2
pH-соапстока, не менее	8,5	8,5	8,5	-

Примечание:

1 Под жирными кислотами в соапстоках из светлых масел, саломасов и животных жиров подразумевают жирные кислоты, связанные в виде натриевых солей.

2 Под жирными кислотами и нежировыми веществами в соапстоках из хлопкового масла подразумевают сумму всех жирных кислот, нежировых, неомыляемых и других веществ, экстрагируемых этиловым эфиром.

3 Массовая доля жирных кислот и нежировых веществ определяется изготовителем по требованию потребителя.

Пределы возможных колебаний массовой доли нежировых веществ и методика их определения приведены в справочном приложении «В» п.1.

4.4.1 Не допускается:

- добавление к соапстоку всех видов катализаторного жира; жира с отбельной землёй, активированным углём; жира после очистки сточных вод; отходов при зачистке цехов;
- смешение тёмных и светлых соапстоков.

O'zbekiston Standartlashtirish, metrologiya va sertifikatlashtirish davlat qo'mitasi axborot-tarqatish markazi

4.5 Упаковка

Соапсток до отправки потребителю должен храниться в баках с крышками и змеевиками для обогрева, оснащенных комплектом соответствующего оборудования (клапан дыхательный, огнетушитель).

4.6 Маркировка

4.6.1 Для каждой партий соапстока выдается товаросопроводительный документ (качественное удостоверение) с указанием:

- наименования предприятия-изготовителя, товарного знака, адреса;
- наименования и вида продукта;
- даты выработки (месяц, год),
- номера партии;
- масса нетто партии (kg);
- качественных показателей;
- обозначения настоящего стандарта;
- срока хранения (месяц, год);
- условий хранения;
- надписи «Ozbekistonda ishlab chiqarilgan» при реализации в пределах Республики Узбекистан и «Made in Uzbekistan» при поставке на экспорт;

4.6.2 Маркировка на транспортную тару должна наносится на одну из торцевых сторон при помощи штампа трафарета или наклеивания ярлыка с указанием:

- наименования предприятия-изготовителя, товарного знака, адреса;
- наименования и вида продукта;
- даты выработки (месяц, год);
- массы нетто партии (kg);
- номера цистерны;
- даты отгрузки (месяц, год);
- номера партии;
- качественных показателей;
- обозначения настоящего стандарта;
- срока хранения (месяц, год);
- условий хранения;
- надписи «Ozbekistonda ishlab chiqarilgan» при реализации в пределах Республики Узбекистан и «Made in Uzbekistan» при поставке на экспорт;

4.6.3 Транспортная маркировка кислот жирных хлопкового соапстока производится с нанесением манипуляционных знаков «Беречь от огня», «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192.

5 ТРЕБОВАНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

5.1 Для обеспечения пожарной безопасности необходимо соблюдение требований ГОСТ 12.4.009 и ГОСТ 12.1.004.

5.2 Работники, занятые производством должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011.

5.3 Мисцельный соапсток - горючий продукт, представляющий собой смесь нейтрального хлопкового масла, натриевых солей жирных кислот (мыло), водного раствора щелочи, а также незначительной примеси бензина и нежировых веществ.

5.4 Работающие на производстве соапстока должны проходит медосмотр согласно приказа №200 от 10.07.2012г. Минздрава Республики Узбекистан.

5.5 Температура вспышки определяется по ГОСТ 12.1.044 п.4.3.

5.6 Соапсток взрывоопасный продукт а также температура самовоспламенения не менее 500^0C; определяется по ГОСТ 12.1.044 п.4.9.

Проверка температуры воспламенения должна производиться не реже одного раза в 5 лет, а также при изменении технологии производства.

5.7 При перевозках и хранении в закрытых ёмкостях в воздушном пространстве над поверхностью соапстока могут накапливаться пары бензина.

5.8 При проведении операции по сливу (наливу) мисцельного соапстока, отборе проб требуется:

- применять инструмент, не дающий искр при ударе;
- закрывать (открывать) крышки люков цистерн и пользоваться сливными устройствами осторожно, не допуская ударов.

Работающие при сливе мисцельного соапстока должны находиться с подветренной стороны.

5.9 В помещениях для приемки и хранения соапстока и производства работ с ним запрещается обращение с открытым огнём.

5.10 В случае загораний, в качестве средств пожаротушения применяются: распылённая вода, воздушно-механическая пена, водяной пар и инертный газ (в закрытых объёмах - кошма, асбестовое полотно).

Для защиты объектов применяется пожарная техника по ГОСТ 12.4.004.

5.11 При длительном контакте соапстоков с кожей вызывает сухость, трещины, слизистые оболочки раздражает слабо.

5.12 При попадании соапстока на кожу его необходимо смыть теплой водой с мылом.

5.13 Предельно допустимая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны отвечать требованиям ГОСТ 12.1.005.

5.14 В соапстоке мисцельный используемое сырьё растворитель «Нефрас» по степени воздействия на организм человека относится к 4 классу опасности по ГОСТ 12.1.007. Предельно допустимая концентрация паров растворителя в воздухе рабочей зоны 300 mg/m^3.

5.15 В соапстоках из светлых растительных масел, из хлопкового масла, из саломасов и животных жиров, используемое сырьё едкий натрий относится ко второму классу опасности. ПДК составляет 0,5mg/dm^3.

5.16 Требования по охране окружающей среды должны соответствовать требованиям ГОСТ 17.2.3.02.

Ўзбекистон Республикаси
Вазирлар Маҳкамаси ҳузуридаги
Назорат палатаси ҳузурида
Ахборот-таҳлил ва прогноз
маркази

6 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

6.1 Соапсток принимают партиями. Партией считается любое количество соапстока одного вида, изготовленное одним предприятием, в одной емкости и сопровождаемое одним удостоверением о качестве.

При отгрузке соапстока в железнодорожных цистернах партией считают каждую цистерну. Объём партии – не менее 3 t.

6.2 Приёмо-сдаточные испытания производят на пробе соапстока в количестве 0,05% от массы отгружаемого соапстока но не менее 4 ℓ.

6.3 Приёмо-сдаточные испытания проводят согласно таблице 2 и по показателям «Массовая доля общего жира», «Массовая доля жирных кислот».

В соапстоке мисцельном кроме этих показателей определятся «Температура вспышки».

6.4 Показатели «Массовая доля бензина» и «pH-соапстока» определяется периодически один раз в квартал.

6.5 «Массовая доля жирных кислот» и «Нежировых веществ» определяется изготовителем по требованию потребителя.

6.6 В качественном удостоверении должно быть указано:

- наименование предприятия-изготовителя, его местонахождение и товарный знак;
- наименование продукта;
- масса партии (kg);
- качественные показатели;
-номер партии, дата отправки;
- обозначения настоящего стандарта.

6.7 Показатель содержания бензина для партии соапстока мисцельного определяется до отправки цистерны. При получении неудовлетворительных результатов по этому показателю вся партия бракуется и возвращается для дополнительной отгонки бензина.

6.8 Потребитель имеет право производить контрольную проверку поступающего к нему соапстока на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6.9 При получении неудовлетворительных результатов хотя бы по одному из показателей, производят испытание удвоенной пробы от той же партии соапстока.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

6.10 При отборе проб, проведении анализа и обращении в процессе товаротранспортных и производственных операций с мисцельным соапстоком должны соблюдаться правила техники безопасности по п.5.8 и п.5.9 настоящего стандарта.

O'zstandart Agentligi
STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
MASSALALARI NASHRIYOTI VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI

7 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

7.1 Методы отбора проб по ГОСТ 5471 со следующим дополнением:

7.1.1 Объем отобранной пробы должна быть около 0,05% от массы отгружаемого соапстока, но не менее 4 ℓ, пробы тщательно перемешивают и из неё отбирают среднюю пробу не менее 1 ℓ.

7.1.2 Взятую пробу делят на пять равных частей, каждую часть помещают в чистую сухую стеклянную банку, плотно закрывают с крышкой. Три банки передают в лабораторию для анализа (две из них на случай получения неудовлетворительных результатов), оставшиеся две опечатывают.

Банки снабжают этикеткой и хранят в холодильнике.

На этикетке указывают:

- наименование предприятия-изготовителя;
- наименование предприятия-получателя;
- наименование продукта;
- номер партии и дату выработки;
- дату отбора пробы (день, месяц, год);
- массу отбора пробы (g).

Одну опечатанную банку хранят на предприятии-изготовителе в течение месяца, на случай разногласий в оценке качества продукции, другую предназначенную для потребителя, высылают ему по требованию.

7.2 Определение цвета, консистенции и запаха производится органолептически.

7.3 Определение посторонних примесей – приложение «А» п.1.

7.4 Определение массовой доли общего жира – приложение «А» п.2.

7.5 Определение массовой доли жирных кислот в соапстоках, светлых масел, саломасов, животных жиров – приложение «А» п.3.

7.6 Определение массовой доли общих жирных кислот и нежировых веществ в соапстоках хлопковых масел – приложение «А» п.4.

7.7 Определение массовой доли остаточного бензина – ГОСТ 11246 и приложение «А» п.5.

7.8 Определение массовой доли нежировых веществ хлопковых соапстоков – приложение «Б» п.1.

7.9 Качественное определение наличия мыла в соапстоках – приложение «Б» п.2.

7.10 Измерение pH соапстока – приложение «Б» п.3.

7.11 Определение стойкости эмульсии соапстока – приложение «Б» п.4.

8 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

8.1 Соапсток транспортируют в железнодорожных цистернах с нижним сливом по ГОСТ 10674, в автоцистернах по ГОСТ 8.404 с плотно закрывающимися люками и в других цистернах, пригодных для перевозки соапстока в соответствии с правилами перевозок грузов на соответствующем виде транспорта.

O'ZSTANDART AGENTLIGI

8.2 Цистерны и автоцистерны подвергаются осмотру. В цистернах и автоцистернах не должно быть воды, загрязнений, посторонних веществ.

8.3 В цистерны грузоподъёмностью менее 60 t и более, соапсток наливают до уровня верхнего сегмента, грузоподъемностью менее 60 t до половины высоты колпака. Уровень (степень) заполнения цистерн должен производиться с учетом максимального использования вместимости (грузоподъемности) цистерн и объемного расширения продукта при возможности перепада температуры в пути следования.

8.4 Соапсток до отправки потребителю должен храниться в баках с крышками и змеевиками для обогрева, оснащенных комплектом соответствующего оборудования (клапан дыхательный, огнетушитель).

8.5 При хранении соапстока (мисцельный) запрещается обращение с открытым огнём.

8.6 Соапсток должен храниться раздельно по видам.

9 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

9.1 Изготовитель гарантирует соответствия соапстока требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных техническими условиями.

9.2 Срок хранения соапстока – 24 месяца.

O'zSTANDART AGENTLIGI

Приложение А

обязательное

МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

1 Определение посторонних примесей.

1.1 Аппаратура.

Центрифуга лабораторная с числом оборотов от 3000 до 6000 min-^{1} по действующей нормативной документации.

Часы песочные на 1 min. По действующей нормативной документации

1.2 Проведение испытания.

Центрифужную пробирку по ГОСТ 25336 вместимостью 10 cm^{3} заполняют соапстоком, затем помещают в центрифугу и центрифугируют в течение 1 min, после чего наблюдают выделившиеся твердые частицы на дне пробирки.

2 Определение массовой доли общего жира.

2.1 Аппаратура, реактивы и материалы.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g или другие весы такого же класса точности

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором по ГОСТ 25336, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С

Электроплитка по ГОСТ 14919

Баня водяная. По действующей нормативной документации

Холодильник ХШ-1-2 по ГОСТ 25336 или другой аналогичный обеспечивающий полноценную отгонку растворителя

Воронки ВД-1-500 ХС, ВД-2-500 ХС по ГОСТ 25336

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336

Колбы Кн-1-250 ТХС, Кн-2-250 ТХС по ГОСТ 25336

Эфир этиловый по действующей нормативной документации перегнанный при температуре34 - 36°С

Кислота серная по ГОСТ 4204 , раствор с массовой долей 10%

Метиловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,1% по действующей нормативной документации.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

2.1.1 Подготовка к определению.

Перед определением проба соапстока должна быть тщательно перемешена в стеклянной емкости до получения однородной консистенции.

2.1.2 Проведение испытания

В коническую колбу по ГОСТ 25336 взвешивают 4-5g соапстока с записью результата до второго десятичного знака и приливают 50-60 cm^{3} горячей воды. Затем добавляют раствор 10% - ной серной или соляной кислоты до кислой реакции по метилоранжу. Содержимое колбы нагревают на кипящей водяной бане до полного просветления выделившихся жирных кислот и нейтрального жира, охлаждают и переносят в делительную воронку, в которую предварительно налито 10 cm^{3} этилового эфира. Колбу тщательно ополаскивают 2-3 раза

небольшими порциями (по 20 cm^3) этилового эфира, которые сливают в ту же делительную воронку, содержимое воронки перемешивают легким вращательным движением и после растворения жира отстаивают 20-30 min.

Водный раствор тщательно спускают во вторую делительную воронку и встряхивают его с 20 cm^3 этилового эфира.

После отстаивания водный раствор сливают в колбу, в которой производилось разложение соапстоков. Эфирную вытяжку присоединяют к основному эфирному раствору в первой воронке, а водный раствор снова подвергают обработке этиловым эфиром в делительной воронке.

Операцию извлечения жира из водного слоя повторяют до полного обезжиривания (капля эфирной вытяжки не дает желтого пятна на фильтровальной бумаге), после чего водный слой отбрасывают, а соединенные эфирные вытяжки в первой воронке промывают водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

Промытые эфирные вытяжки фильтруют через воронку с фильтром и вложенным в него кусочком гигроскопической обезжиренной ваты в высушенную до постоянной массы коническую колбу.

Воронку и фильтр тщательно промывают эфиром. Этиловый эфир отгоняют в вытяжном шкафу на водяной бане при температуре бани не выше 40°С, а остаток сушат в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 75-80° С.

2.1.3 Обработка результатов

Массовую долю общего жира в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 . 100}{m_1}$$

m_1 - масса жира, g;

m - масса соапстока, g ;

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,5%.

3 Определение массовой доли жирных кислот в соапстоках светлых масел, саломасов, животных жиров.

3.1 Аппаратура и реактивы

Баня водяная по действующей нормативной документации

Колбы Кн-1-250 ТХС, Кн -2-250 ТХС по ГОСТ 25336

Смесь эфира этилового по действующей нормативной документации со спиртом этиловым техническим (гидролизным) по ГОСТ 17299 или спиртом этиловым ректификованным техническим по ГОСТ 18300 в соотношении 2:1 нейтрализованная по фенолфталеину.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч. или ч.д.а. или натрия гидроокись по ГОСТ 4328 х.ч. или ч.д.а водный раствор концентрацией с (KOH или NaOH) = 0,5 mol/dm^3 (0,5H).

Фенолфталеин по действующей нормативной документации, спиртовой раствор с массовой долей 1%.

3.1.1 Проведение испытания.

Смесь жирных кислот и нейтрального жира, полученную при определении общего жира растворяют при нагревании на водяной бане в 50cm^3 нейтрализованной смеси этилового эфира со спиртом и титруют 0,5 mol/dm^3 (0,5 н) раствором гидроокиси калия или натрия в присутствии фенолфталеина до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение минуты.

3.1.2 Обработка результатов.

Массовую долю жирных кислот в соапстоках светлых масел, саломасов, животных жиров в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{Y \cdot K \cdot 0{,}141}{m} \cdot 100;$$

где: Y - объем 0,5 mol/dm^3 (0,5H) раствора гидроокиси калия или натрия, израсходованного на титрование,cm^3;

K - поправка к титру 0,5 mol/dm^3 (0,5H) раствора гидроокиси калия или натрия;

m - масса соапастока, g;

0,141 - содержание олеиновой кислоты, соответствующее 1 ml 0,5 mol/dm^3 (0,5H) раствора гидроокиси калия или натрия.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,5 %.

4 Определение массовой доли общих жирных кислот и нежировых веществ в соапстоках хлопковых масел.

4.1 Аппаратура, реактивы, материалы.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g или другие весы с таким же классом точности

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °C ГОСТ 25336

Баня водяная по действующей нормативной документации

Холодильник обратный по действующей нормативной документации

Воронки ВД-1 -500 ХС, ВД-2-500 ХС по ГОСТ 25336

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336

Колбы Кн-1 -250 ТХС по ГОСТ 25336

Эфир этиловый по действующей нормативной документации перегнанный при температуре $34-36^0$ C

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч. или ч.д.а. водный раствор концентрацией с (KOH) = 0,5 mol/dm^3 (0,5H)

Кислота серная по ГОСТ 4204 ч.д.а. или кислота соляная по ГОСТ 3118 ч.д.а., водный раствор с массовой долей 10%

Метиловый оранжевый водный раствор с массовой долей 0,1 % по действующей нормативной документации

Фильтровальная бумага по ГОСТ 12026.

O'zbekiston Respublikasi Standartlashtirish bo'yicha Milliy agentligi Axborot-texnologiyalar markazi

4.1.1 Проведение испытания.

В коническую колбу взвешивают 4-5 g соапстока с записью результата до второго десятичного знака, заливают 7cm^3 0,5 mol/dm^3 (0,5н) спиртового раствора гидроокиси калия и нагревают с обратным холодильником в течение 30 минут на кипящей водяной бане; затем спирт выпаривают на водяной бане досуха, остаток растворяют в дистиллированной воде при нагревании на водяной бане, прибавляют водный раствор серной или соляной кислоты с массовой долей до 10 % до кислой реакции по метиловому оранжевому и продолжают нагревание до полного просветления жирных кислот.

После охлаждения содержимое колбы количественно переносят в делительную воронку, в которую предварительно налито 10 cm^3 этилового эфира. Колбу тщательно ополаскивают 2-3 раза небольшими порциями (по 20 cm^3) этилового эфира, сливая их в делительную воронку. После растворения жирных кислот в этиловом эфире производят отстаивание в течение 30 минут, нижний водный слой спускают в другую делительную воронку и встряхивают его с 20 cm^3 этилового эфира. Водный слой отстаивают, спускают в колбу, эфирную вытяжку присоединяют к основному эфирному раствору.

Операцию извлечения жирных кислот из водного слоя повторяют до полного обезжиривания (капля эфирной вытяжки не дает желтого пятна на фильтровальной бумаге), после чего водный слой отбрасывают, а соединенные эфирные вытяжки промывают водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

Промытый эфирный раствор фильтруют через воронку, с бумажным фильтром, вложенным в него кусочком обезжиренной гигроскопической ваты в высушенную до постоянной массы колбу.

Делительную воронку и фильтр тщательно промывают этиловым эфиром. Эфир отгоняют на водяной бане, а остаток сушат при температуре 75-80°С в сушильном шкафу до постоянной массы.

4.1.2. Обработка результатов

Массовую долю общих жирных кислот и нежировых веществ в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$ где

m_1 - масса жирных кислот и нежировых веществ в g:

m - масса соапстока ,g.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Расхождения между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,5 %.

5 Определение массовой доли остаточного бензина проводят одним из двух методов, приведенных ниже.

5.1 Метод 1

5.1.1 Аппаратура, реактивы и материалы:

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200g или другие весы с таким же классом точности

Газоанализатор универсальный, переносной типа УГ-2 с комплектом принадлежностей для определения содержания паров бензина, зажимы пружинящие для резиновых трубок. По действующей нормативной документации

Микрощприц МШ-10. По действующей нормативной документации

Колба коническая Кн-1-1000 (750)- 34/35 по ГОСТ 25336

Пробка-насадка Дрекселя. По действующей нормативной документации

Колба круглодонная двухгорлая КГУ-2-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336

или колба трехгорлая (одно горло закрыто пробкой) типа КГУ-3-2-500-34 ТХС по ГОСТ 25336

Воронка капельная ВК-50-14/23 ХС по ГОСТ 25336

Цилиндры мерные 1-10, 1-50 или 3-50, 1-1000 по ГОСТ 1770

Склянка с тубусом 1-2-2,0 по ГОСТ 25336

Ложка или лопаточка для взятия навески. По действующей нормативной документации

Баня глицериновая. По действующей нормативной документации

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919

Реле электрическое. По действующей нормативной документации

Термометр контактный типа ТПК № 6-11, предел измерения температуры 100°С от 200°С по ГОСТ 9871

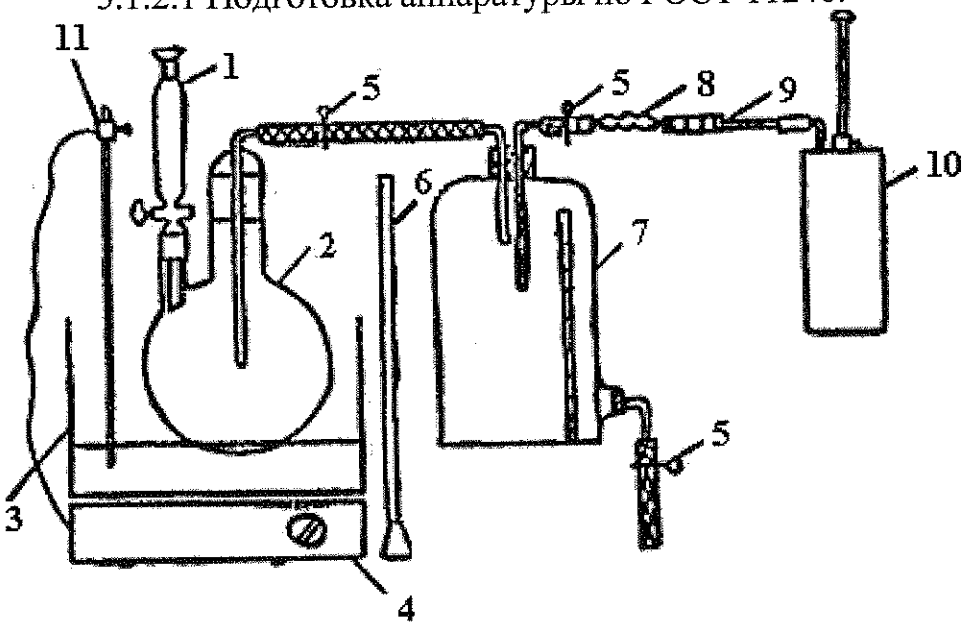
Кислота серная 10% ный водный раствор по ГОСТ 4204

Натрия гидроокись 20%-ный водный раствор или калия гидроокись 20 % ный водный раствор по ГОСТ 4328

Резиновые шланги. По действующей нормативной документации

5.1.2. Подготовка к испытанию.

5.1.2.1 Подготовка аппаратуры по ГОСТ 11246.

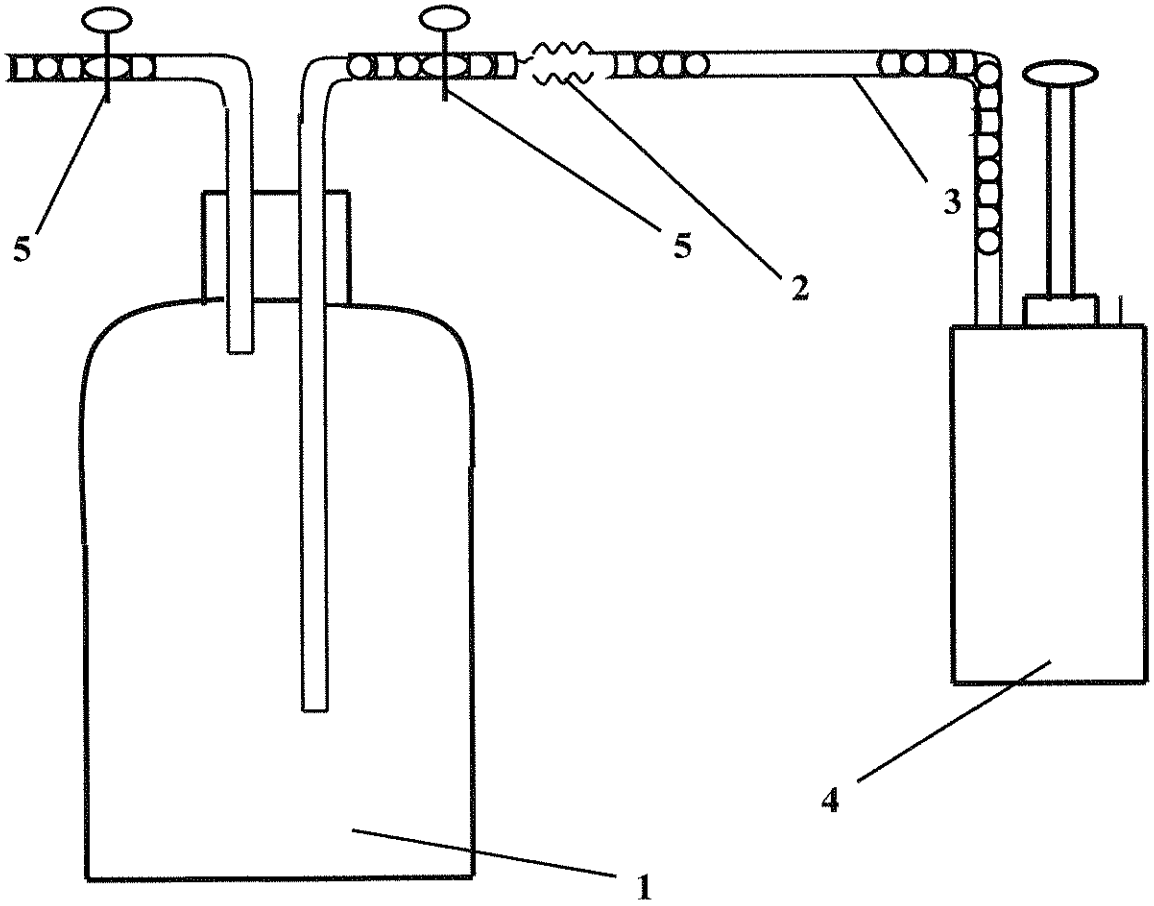


1- воронка капельная
2- колба круглодонная для разложения соапстока
3- глицериновая баня
4- электрическая плитка
5-зажимы пружинящие
6-асбестовый экран
7- склянка с тубусом
8-фильтрующий патрон
9-индикаторная трубка
10-газоанализатор УГ-2
11-контактный термометр

Рис. I

Общий вид установки для определения остаточного содержания растворителя в соапстоке

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
MAKON ... AXBOROT ...



Установка для проверки качества индикаторного порошка
(вариант II)

1 – бутыль емкостью 20 л
2 – фильтрующий патрон
3 – индикаторная трубочка
4 – газоанализатор УГ - 2
5 – пружинящий зажим

5.1.3 Проведения испытания.

В круглодонную колбу для разложения соапстока (рис. 1 поз. 2) наливают 10 cm^3 20%-ного водного раствора КОН и берут навеску соапстока 1,5- 3 g , которую определяют на весах с записью значения в граммах до второго десятичного знака по разнице массы образца соапстока взвешенного вместе с ложкой до и после взятия навески. Оба горла колбы быстро закрывают: одно горло капельной воронкой с перекрытым краном, другое горло пробкой с отводом, на который одета резиновая трубка с зажимом. Для смешения соапстока со щелочью колбу слегка встряхивают.

Склянку с тубусом заполняют водой комнатной температуры до метки 1,5 dm^3, резиновые трубки зажаты.

В предварительно нагретую до температуры 30°С глицериновую баню с контактным термометром ставят круглодонную колбу с навеской соапстока таким образом, чтобы уровень глицерина был на 1-2 cm выше содержимого колбы. Производят соединение круглодонной колбы и склянки с тубусом в соответствии с рис.1. Все зажимы во время сборки должны быть закрыты. Затем открывают зажимы на отводе пробки-склянки и круглодонной колбы и кран на тубусе. Одновременно засекают время. Когда отток воды из склянки прекратится, кран на тубусе закрывают, но затем периодически через 10-15минут кран снова открывают для выпуска очередной порции воды. Таким образом, поддерживается атмосферное давление в системе.

Температура глицериновой бани (130±50)°С. Через 30 минут после начала определения через капельную воронку и круглодонную колбу медленно приливают 30cm^3 10 %-ный серной кислоты. Еще через 30 минут удаляют глицериновую баню и одновременно закрывают зажим на трубке, соединяющий круглодонную колбу со склянкой.

Присоединяют к системе газоанализатор УГ-2, установленный на просасывание 60 cm^3 воздуха и определяют концентрацию паров бензина в системе в соответствии с инструкцией.

Определение повторяют два раза.

Примечание: Очередное прекращение оттока воды еще до достижения уровня сливного отверстия свидетельствует о герметичности системы.

5.1.4 Подсчет результатов испытания

Остаточное содержание растворителя в соапстоке в процентах (X_3) вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{W \cdot Y}{m \cdot 104}$$

W - концентрация паров растворителя по шкале газоанализатора УГ-2, полученная при испытании, средняя их двух значений, в mg/m^3 ;

Y - общий объем системы, складывающийся из объема круглодонной колбы плюс объем склянки за вычетом остаточного объема воды в склянке по миллиметровой шкале, в dm^3;

m - масса соапстока, в g;

5.2 Метод 2

Метод предназначен для определения массовой доли растворителя (бензина) в соапстоке, полученном при рафинации масла в мисцелле на предприятиях масложировой промышленности.

5.2.1 Назначение и область применения метода.

В диапазоне содержания растворителя (бензина) в соапстоке от 0,05 до 0,5% доверительные границы относительной погрешности определения 25%; в диапазоне от 0,5до 2% - 15% при доверительной вероятности 0,95.

5.2.1.1 Метод основан на определении концентрации бензина газовоздушной смеси, полученной путём выпаривания бензина из навески соапстока в герметически замкнутом пространстве.

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI STANDARTLASHTIRISH DAVLAT MAZKUR HUJJAT ASLIDAN TO'G'RI KO'CHIRILDI

5.2.1.2 Аппаратура, материалы и реактивы.

Весы лабораторные 3-класса точности по ГОСТ 24104 или другие весы подобного класса точности

Газоанализатор УГ-2 (ПГФ 2М1) или ему подобный. По действующей нормативной документации

Зажимы пружинные. По действующей нормативной документации

Колба К-1-2000-29/32 ТС по ГОСТ 25336

Склянка с тубусом 1-2-2,0 по ГОСТ 25336

Цилиндр мерный 1-1000 по ГОСТ 1770

Баня глицериновая двухместная под размер круглодонной двухлитровой колбы, вмещающая 2,5-3,0 dm^3 глицерина. По действующей нормативной документации

Термометр контактный типа ТПК № 6-11 по ГОСТ 9371, предел измерения температуры от 100^0 С до 200^0С

Электромагнитное реле для подключения контактного термометра и электроплитки. По действующей нормативной документации

Электроплитка мощностью 500Вт по действующей нормативной документации.

Пипетка 8-2-0,2 по действующей нормативной документации.

Тройник стеклянный с внутренним диаметром трубок 5-10 mm. по действующей нормативной документации

Трубка хлоркальциевая ТХ-V-1-100 по ГОСТ 25336 или ей подобная по действующей нормативной документации

Приспособление для взятия навески густых соапстоков

Щприц вместимостью 10 cm^3, по действующей нормативной документации.

Соединительные трубки эластичные с внутренним диаметром 4-9 mm. по действующей нормативной документации

Кальций хлористый по действующей нормативной документации.

Резиновые пробки под размер горла колбы с отверстиями для стеклянных отводов с внутренним диаметром 5-10 mm.

5.2.2 Подготовка к проведению анализа.

5.2.2.1 Градуировка газоанализатора.

Приготовление газовоздушной смеси. Установка для приготовления газовоздушной смеси и градуирования газоанализатора приведена на рис.1.

Двухлитровую склянку с тубусом 3 следует отградуировать. Для этого склянку ставят на горизонтальную подставку и заполняют водой комнатной температуры под пробку. Затем снимают зажим с резиновой трубки на отводе на тубусе склянку и сливают воду в мерный цилиндр вместимостью 1 dm^3.

Как только сольётся 1 ℓ воды, отток воды из склянки прекращают и делают отметку положения уровня воды в склянке (на наклеенной полоске бумаги).

После этого сливают ещё 1 dm^3 воды в мерный цилиндр. Снова делают отметку положения уровня оставшейся воды. Общий объём слитой

O'zSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
MAZKUR MILLIY STANDARTNING VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI

из склянки воды теперь равен 2 dm^3. Склянка подготовлена к работе. Затем склянку 3 заполняют водой под пробку и герметично закрывают пробкой, через которую пропущена короткая стеклянная трубка 6 и изогнутая стеклянная трубка 4. Отвод на склянке с тубусом 3 присоединяют трубкой к отводу на склянке с тубусом 1. На трубку накладывают зажим 2. Трубку 6 соединяют со стеклянным тройником 8 и на соединительную трубку накладывают зажим 7. Тройник соединяют с хлоркальциевой трубкой, которую затем соединяют с газоанализатором 11. На свободный конец тройника надевают короткую эластичную трубку с зажимом 9. Склянку 3 размещают на столе, а склянку 1 ниже.

С помощью микропипетки 1-класса точности вместимостью 0,2 cm^3 с ценой деления 0,002cm^3 отбирают объем бензина, необходимый для создания в склянке с тубусом 3 концентрации паров бензина 50 mg/dm^3. Для этой цели используют фракцию бензина, которая имеет температуру кипения выше 80° С.

Объем бензина рассчитывают по формуле: $$Y = \frac{1}{10 \cdot p}$$, где

Y - объем бензина, cm^3; p - плотность бензина, g/cm^3

p - расчет ведут до третьего десятичного знака.

Снимают зажим 2, и как только вода начнет сливаться в склянку 1, вводят бензин в изогнутую стеклянную трубку микропипеткой, выдерживая ее в трубке, в течение 10 секунд.

Воду медленно, в течение 4-5 минут сливают из склянки 3 до отметки 2 dm^3. Зажим 2 закрывают. На изогнутую стеклянную трубку надевают короткую эластичную трубку с пружинящим зажимом 5.

В склянке 3 концентрация бензина составляет 50 mg/dm^3. Эта газовоздушная смесь первой поступит в газоанализатор и из нее же разбавлением будут получены в дальнейшем и все остальные необходимые для градуирования газоанализатора газовоздушные смеси с меньшей концентрацией бензина.

При этом способе подготовки газовоздушной смеси максимальная относительная погрешность значения концентрации бензина в воздухе составляет 1,5% при концентрации 50 mg/dm^3 и 6% при концентрации бензина в воздухе 1,5 mg/dm^3.

Градуировка газоанализатора типа ПГФ 2МІ и ему подобных, применяемых для определения остаточного содержания растворителя (бензина) в хлопковом соапстоке.

Снимают зажим 9 и прокачивают через газоанализатор атмосферный воздух, подготовив его к работе согласно инструкции к газоанализатору. Накладывают зажим 9, снимают зажим 7, поднимают склянку 1 на подставку выше склянки 3, открывают зажим 2. Сливают в три приема точно 1 dm^3 воды в склянку примерно равными порциями. После каждой порции слитой воды закрывают зажим 2 и делают отсчет по газоанализатору с точностью до 0,1 деления, не пользуясь резиновой грушей.

MILLIY STANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATI VA SERTIFIKATSIYA VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Среднее арифметическое трех отсчетов должно соответствовать концентрации бензина 50 mg/dm^3.

Накладывают зажим 9. Прокачивают через газоанализатор атмосферный воздух и вновь готовят его к работе.

Открывают зажим 5, ставят склянку 1 в нижнее положение и открывают зажим 2. Сливают воду из склянки 3 от отметки 2 dm^3, накладывают зажим 2 и 5, склянку 3 слегка встряхивают для перемешивания в ней смеси воздуха с парами бензина.

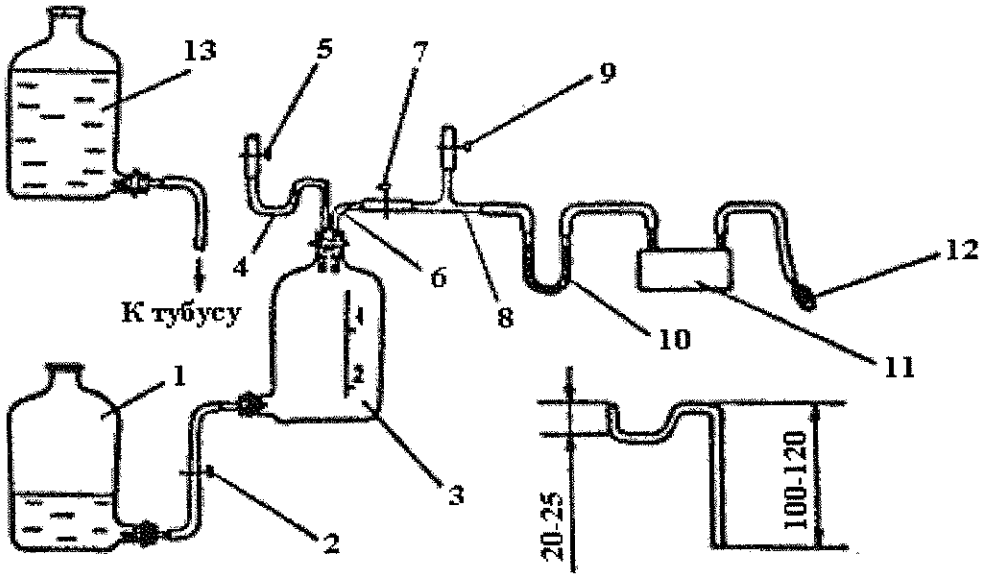
Теперь в склянке 1 концентрация паров бензина равна 25 mg/dm^3.

Накладывают зажим 9, вытесняют вышеописанным способом 1 dm^3 газовой смеси в газоанализатор. Среднее арифметическое из трех отсчетов по шкале газоанализатора отвечает концентрации бензина 25 mg/dm^3.

Аналогичным способом подготовить и измерить газоанализатором воздушные смеси с концентрацией паров бензина 12,5; 6,26; 3,13; 1,56 mg/dm^3.

Градуировку газоанализатора проводят дважды. Среднее арифметическое из результатов двух серий градуирования используют для построения градуировочного графика для первого и второго пределов измерений отдельно, отложив по оси абцисс деления шкалы газоанализатора, а по оси ординат - концентрации бензина. $C_г$в mg/dm^3 .

Градуировку газоанализатора следует проводить не реже одного раза в месяц. Если при повторной градуировке окажется, что результаты, полученные после первой серии измерений, отличаются от полученных ранее меньше, чем на 10% (относительных), то вторую серию измерений можно не проводить и градуировочный график оставить без изменения.



Нижнее положение Рис. 1 Установка для градуирования газоанализатора
1 – склянка с тубусом; 2-5; 7,9 – зажимы; 3 – склянка с тубусом для измерения объема газовоздушной смеси; 4 – изогнутая стеклянная трубка; 6-стеклянная трубка; 8-тройник; 10-хлоркальцевая трубка; 11-газоанализатор; 12-резиновая груша; 13-склянка 1 в верхнем положении

STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
NAZORATI VA SIFAT TEXNOLOGIYALARINI

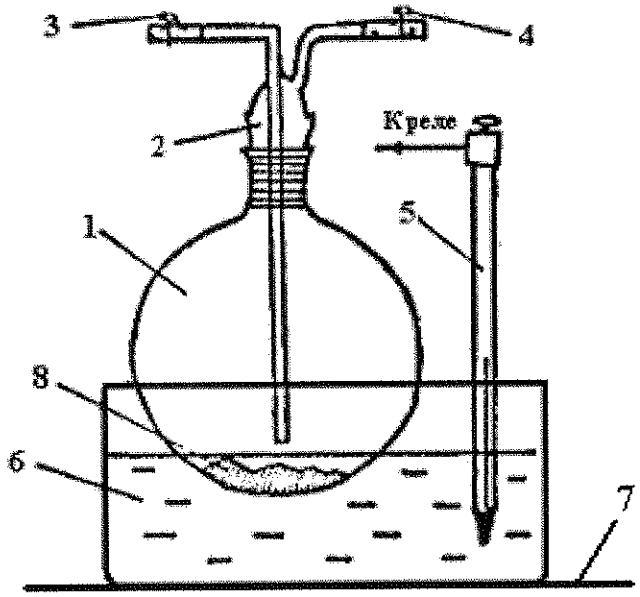


Рис. 2. Установка для вытеснения бензина из анализируемой пробы соапстока

1- колба; 2 – насадка Дрекселя; 3-4 - резиновые шланги с зажимами; 5 - контактный термометр; 6 - глицериновая баня; 7 – электроплитка 8 - проба соапстока.

5.2.2.2 Проведение измерений

Определяют объем круглодонной колбы, заполнив ее до верхнего края горла водой при комнатной температуре, затем воду сливают в мерный цилиндр вместимостью 1 dm^3 , определив полный объем воды в dm^3 с погрешностью 0,005 dm^3.

Берут пробу соапстока, предварительно охлажденного до температуры 20-25° С. Если соапсток густой или пастообразный, то его следует отобрать стеклянной трубочкой диаметром 12-17 mm и длиной 140-150 mm, которую для этой цели погрузить в соапсток. Объем пробы соапстока измеряют с погрешностью 0,1 cm^3 из расчета массы навески 7 g, считая, что среднее значение плотности соапстока составляет 0,96 g/cm^3. Пробу жидкого соапстока из шприца выдавливают штоком шприца в круглодонную колбу, а столбик густого или пастообразного соапстока требуемого объема выдавливают медленно из трубки специально подобранным штоком, диаметр которого на 0,5-1 mm меньше диаметра стеклянной трубки или с помощью плотно вставленной в трубку резиновой груши.

Шприц в трубку перед введением навески следует тщательно протереть снаружи, в трубку с пробкой густого соапстока надо слегка протереть руками или подержать над электроплиткой.

Пробу следует внести в круглодонную колбу на середину дна. Круглодонную колбу закрывают пробкой с насадкой Дрекселя, используя для смазки в верхней части шлифа небольшое количество глицерина (если нет пробки-насадки Дрекселя, можно использовать хорошо подготовленную резиновую пробку с двумя стеклянными отводами: длинным и

O'zbekiston Agentligi
Standartlashtirish, Metrologiya
Nazoratini Milliy Sistemasi
Axborot Texnologiyalari
Markazi

коротким) Пробку можно зафиксировать резинкой. На отводные трубки надевают короткие соединительные трубки с зажимами (рис.2).

Собирают установку и устанавливают температуру глицериновой бани (130±5)°С. Когда температура достигнет 130° С, ставят колбу в глицериновую баню так, чтобы уровень глицерина находился на 1,5-2 sm выше дна колбы. Замечают время. Через 50 минут извлекают колбу из глицериновой бани и кладут ее для охлаждения до комнатной температуры на бок, поворачивая через каждый 1- 2 минут.

Через 5-10 минут подсоединяют отводную трубку с зажимом 8 круглодонной колбы к тубусу двухлитровой склянки 9, предварительно заполненной водой. В отводу у насадки Дрекселя подсоединяют последовательно хлоркальциевую трубку 3 с прокаленным $CaCl_2$ и отградуированный газоанализатор 1, предварительно подготовленный к измерениям согласно инструкции к прибору.

Склянку с тубусом 9 ставят выше уровня горла круглодонной колбы 6. Снимают зажимы 4,8 на трубках и сливают в колбу примерно треть объема воды из двухлитровой склянки с тубусом. После этого накладывают зажим 8 на трубку и снимают отсчет по шкале газоанализатора, не пользуясь грушей, через 1 секунд после нажатия кнопки газоанализатора.

Аналогично снимают еще два отсчета на газоанализаторе. Необходимо следить за тем, чтобы вода в колбе по окончании измерений не была выше нижнего края горла колбы.

Определяют среднее значение из трех отсчетов и находят по градуировочному графику концентрацию бензина в колбе С в mg/dm^3.

5.2.2.3 Обработка результатов

Массовую долю бензина в соапстоке в процентах (X_4) определяют по формуле:

$$X_4 = \frac{C \cdot Y}{m \cdot 10} \%, \text{ где}$$

С - концентрация бензина в круглодонной колбе, полученная с помощью газоанализатора, mg/dm^3.

V - объем колбы , dm^3.

m - масса навески соапсока, g.

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI JORIY ETISH BOSHQARMASI

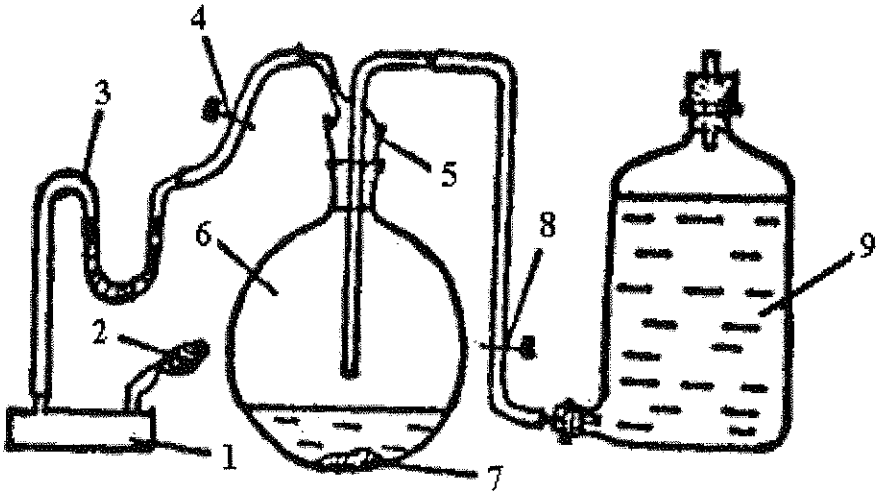


Рис. 3 Установка для измерения концентрации паров бензина в атмосфере

1- газоанализатор
2- резиновая груша
3- хлоркальцевая трубка
4,8 - зажимы на резиновых трубках
5- насадка Дрекселя
6- колба
7- проба соапстока
9 - склянка с тубусом, заполненная водой

За окончательный результат принимают среднее из двух параллельных определений.

5.2.3. Требования к технике безопасности

Применение электроплиток с открытой спиралью не допускается.

Во избежание подъема давления в герметизированной колбе выше атмосферного на $2{,}94 \cdot 10^4$ Па (0,3 kgc/cm^2) не допускается заглубление колбы в глицерин ниже установленного уровня и нагревание глицерина выше 150°С.

Безопасность установки должна быть обеспечена в соответствии с правилами проведения лабораторных работ со стеклянными сосудами, работающими под давлением. Установка монтируется в вытяжном шкафу с принудительной вентиляцией.

Категория помещения лаборатории должна соответствовать группе «В» по ПУЭ.

5.2.4. Требования к квалификации исполнителя

К проведению определения остаточного растворителя (бензина) в соапстоке допускаются лаборанты, изучившие методику определения и прошедших инструктаж по технике безопасности при работе на ЛВМ.

O'zbekiston Agentligi
standartlashtirish, davlat
nazoratini kuchaytirish va
axborot texnologiyalarini
joriy etish boshqarmasi

Приложение Б

обязательное

Пределы возможного колебания массовой доли нежировых веществ в общем жире хлопкового соапстока - от 2,0 до 9,0 %.

1 Определение массовой доли нежировых веществ в хлопковых соапстоках.

1.1 Аппаратура, реактивы и материалы.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3°С. По нормативной действующей документации

Баня водяная. По нормативной действующей документации

Холодильник обратный. По нормативной действующей документации

Воронки БД-1 -500 ХС, ВД-2-500 ХС по ГОСТ 25336

Воронка В-75-110

Колбы Кн - 1-250-ТХС, Кн-2-250 ТХС по ГОСТ 25336

Цилиндры 1 -50; 3-50 по ГОСТ 1770

Холодильник ХШ-1 -2 по ГОСТ 25336 или другой аналогичный, обеспечивающий полную отгонку растворителя

Эфир петролейный по нормативно-технической документации

(фракция, выкипающая в пределах 35-55 °С) или фракция бензина, выкипающая в пределах (63-75)°С

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый технический гидролизный по ГОСТ 17299

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 х.ч. или ч.д.а. спиртовый раствор концентрацией с (КОН) = 2 mol/dm^3 (2Н)

Кислота серная по ГОСТ 4204 ч.д.а. или кислота соляная по ГОСТ 3118 ч.д.а., водный раствор с массовой долей 10%

Метиловый оранжевый водный раствор с массовой долей 0,1 % по действующей нормативной документации.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

1.2 Проведение испытания

Высушенный до постоянной массы общий жир, выделенный при определении его массовой доли, или смесь жирных кислот и нежировых веществ, полученную при определении их массовой доли, омыляют в течение 3 ч 30cm^3 2Н спиртового раствора КОН в колбе с обратным холодильником на кипящей водяной бане. По окончании омыления спирт отгоняют на кипящей водяной бане и полученное мыло высушивают в сушильном шкафу при 75-80°С в течение часа, периодически разрыхляя комочки мыла стеклянной палочкой. Сухую омыленную массу растворяют при нагревании на водяной бане в небольшом количестве горячей воды и разлагают 10% серной или соляной кислотой. Кислоту прибавляют до кислой реакции по

STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLIGHTISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSH ADMAGI

метилоранжу. Нагревание продолжают до полного просветления выделенных жирных кислот. По охлаждении содержимое колбы количественно переносят в делительную воронку, в которую налито 10 cm^3 петролейного эфира или бензина.

Колбу ополаскивают 2-3 раза небольшими порциями (по 20cm^3) петролейного эфира или бензина, который сливают в ту же делительную воронку. Растворение жирных кислот производят при легком вращательном движении воронки. После отстаивания в течение получаса водный слой спускают во вторую дополнительную воронку и встряхивают с 20-25cm^3 петролейного эфира или бензина. Водный слой удаляют, эфирную вытяжку присоединяют к основному эфирному раствору, промывают его водой до нейтральной реакции и фильтруют через бумажный фильтр с вложенным в него кусочком обезжиренной ваты во взвешенную колбу. Воронку и фильтр тщательно промывают эфиром, эфир отгоняют, а остаток сушат до постоянной массы при 75-80° С.

1.3 Обработка результатов

Массовую долю не жировых веществ в % (X) вычисляют по приведенным ниже формулам.

При использовании для определения массовой доли не жировых веществ и общего жира, выделенного при определении его массовой доли пользуются формулой:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m} - \left(B - \frac{B}{1{,}044}\right)$$

где m - массовая доля общего количества жира, жирных кислот и не жировых веществ в g , до омыления;

m_1 - массовая доля жирных кислот в g, после омыления;

m_2- навеска соапстока в g;

B - массовая доля нейтрального жира в соапстоке в %;

1,044 - коэффициент пересчета.

При использовании для определения массовой доли нежировых веществ смеси жирных кислот и нежировых веществ полученной при определении их массовой доли, пользуются формулой

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

где: m_1 - массовая доля общего количества жирных кислот и нежировых веществ в g , до омыления;

m_2-массовая доля жирных кислот в g , после омыления;

m - навеска соапстока.

2 Качественное определение наличия мыла в соапстоке.

2.1 Аппаратура и реактивы.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g или другие весы такого же класса точности

O'zstandart agentligi
O'zstandartlashtirish, davlat
nazoratini muvofiqlashtirish va
axborot ta'minoti bo'limi

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919

Колбы Кн-1-250 ТХС, Кн-2-250 ТХС по ГОСТ 25336

Цилиндры 1 -50; 1 -100; 3-50;3-100 по ГОСТ 1770

Вода, дистиллированная по ГОСТ 6709

Фенолфталеин, по действующей нормативной документации спиртовой раствор с массовой долей 1 % .

2.2 Проведение испытания.

В конической колбе предварительно кипятят 50 cm^3 дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина. При этом вода должна оставаться бесцветной (если вода имеет розоватую окраску, её необходимо нейтрализовать раствором серной кислоты (H_2SO_4)=0,1 mol/dm^3 или соляной кислоты (HC1)=0,1 mol/dm^3 до исчезновения окраски).

В колбу прибавляют 1-3 g испытуемого соапстока и кипятят в течение 5-10 минут. По окончании кипячения колбу охлаждают до комнатной температуры. Наличие розовой окраски указывает на присутствие мыла. При отсутствии мыла раствор в колбе остается бесцветным. Это свидетельствует о наличии в пробе других жировых продуктов, а не соапстока.

3 Измерение pH соапстока.

3.1 Аппаратура и реактивы.

pH-метр лабораторией с пределом измерения от 0 до 14 единиц pH и ценой деления шкалы 0,01 или 0,05 единиц pH.

Электрод стеклянный ЭСЛ-43-07. По нормативной действующей документации

Электроды хлорсеребряные ЭВЛ IMI или ЭВЛ IM3. По нормативной действующей документации.

Стандарт - титры pH: 9,18 и 4,01 единиц pH по ГОСТ 8.135

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200g или другие весы такого же класса точности

Термометр лабораторный с ценой деления 0,5°С, позволяющий проводить измерение в диапазоне 0-50° С по нормативной действующей документации

Стаканы химические В-1 -100, В-2-100 по ГОСТ 25336

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, свежепрокипяченная с pH 6,2-7,2 при 20°С

3.2 Подготовка к испытанию.

3.2.1 Общую подготовку pH-метра и электродов к работе проводят в соответствии с порядком, изложенным в паспорте к прибору, с обязательным обеспечением постоянного напряжения в сети на входе в прибор и температуры окружающей среды 20-25°С.

3.3 Проведение испытания.

3.3.1 Готовят раствор испытуемого соапстока с массовой долей 1% в пересчете на массовую долю общего жира, в дистиллированной воде. Приготовленный раствор переносят в химический стакан (температура раствора 20±0,5)°С. В раствор помещают электроды, предварительно промытые, дистиллированной водой и вытирают насухо и замеряют pH.

O'ZBEKISTON DAVLAT STANDARTLASHTIRISH AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT NAZORATINI MUVOFIQLIKNI BAHOLASH
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

3.4 Обработка результатов. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,4 pH.

При pH не менее 8,5 испытуемую пробу считают соапстоком. При более низких pH - это может быть фуза или другие жировые отходы с кислой реакцией.

4 Определение стойкости эмульсии соапстока.

4.1 Аппаратура и реактивы.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g или другие весы такого же класса точности

Колбы Кн-1-250 ТС, Кн-2-250 ТС по ГОСТ 25336

Цилиндры 1-50, 1-100, 3-50, 3-100 по ГОСТ 1770

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

4.2 Проведение испытания

В коническую колбу взвешивают 4-5 g испытуемой пробы и приливают 50 cm^3 горячей дистиллированной воды до полного растворения.

Образование однородной эмульсии всего раствора без наличия жирового слоя на поверхности, указывает на отсутствие фузы или других жировых отходов в соапстоке.

O'zbekiston Agentligi
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI AVTOFOLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BO'LIMI

Библиографические данные

УДК 665.382 ОКП 91 4670 ОКС 67.200.10 Группа Н 68

Ключевые слова: соапсток, общий жир соапстока, pH-соапсток, массовая доля бензина в соапстоке, массовая доля нежировых веществ в общем жире хлопкового соапстока, цвет соапстока, консистенция соапстока.

O'zSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
MAZKRATLI KUPSIGLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BO'LIMASI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Заместитель председателя
Ассоциации предприятий
пищевой промышленности
_____ В.Х. Джураев
«_04_» ___11___ 2013г.

Начальник отдела по развитию,
модернизации и техническому
перевооружению
_____ Пардаев Г.Э.
«_04_» ___11___ 2013г.

Начальник отдела по контролю
за качеством, приёмкой и учётом
хлопковых семян, соблюдением
норм выходов хлопкового масла
_____ О.О. Зуфаров
«_04_» ___11___ 2013г.

Директор ООО «Yog' tahlil servis»
_____ Н.Ш. Шарипов
«_04_» ___10___ 2013г.

СОГЛАСОВАНО:

Министр внешних
экономических связей
инвестиции и торговли
№ИК-а/15-6848 Э.М.Ганиев
«_25_» ___10___ 2013г.

Главный Государственный
санитарный врач
Республики Узбекистан
№012-4/3458 С.С.Саидалиев
«_30_» ___10___ 2013г.

Генеральный директор ОАО
“Тошкент ёғ-мой комбинати”
№1422/08 Б.С.Нуритдинов
«_18_» ___10___ 2013г.

Директор ОАО «Янгийул ёг-мой»
№01-5/1524 З.О.Камолов
«_21_» ___10___ 2013г.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI