ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Методы определения содержания неомыляемых веществ

Издание официальное

Узбекское агентство стандартизации, метрологии и сертификации

Ташкент – 2014

Предисловие

- Разработан и внесен: ООО «Ёғ тахлил сервис»
- Утвержден и введен в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от «10» 03 2014г. № 05-52Ғ
- Взамен O'zDSt 1194:2009

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

O'zbekiston Davlat Standartlashtirish, Metrologiya va Sertifikatlashtirish Agentligi Axborot Texnologiyalari Markazi

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Узбекистана принадлежит Агентству «Узстандарт»

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Методы определения содержания неомыляемых веществ

ЎСИМЛИК ЁҒЛАРИ ВА ТАБИИЙ ЁҒ КИСЛОТАЛАРИ

Совунланмайдиган моддаларнинг миқдорини аниқлаш усуллари

VEGETABLE OILS AND NATURAL FATTY ACIDES

Method of the determination of unsaponifiables content

Дата введения с 11.03.2014

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на хлопковое масло и натуральные жирные кислоты и устанавливает метод определения массовую долю неомыляемых веществ.

Определение массовой доли неомыляемых веществ в хлопковом масле и натуральных жирных кислот позволяет судить о натуральности в чистоте продукта (отсутствие примесей минерального масла, парафина и т.п.).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 8285-91 Жиры животные топленные. Правила приемки и методы испытания.

ГОСТ 8682-93 Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые.

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 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калий гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда лабораторная, стеклянная. Технические условия.

O'zDSt 1201:2014 Масла растительные. Правила приёмки и методы отбора проб.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
1192 son bilan
«10» 03 2014 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

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:

- неомыляемые вещества – показатель характеризующий количественное содержание в растительном масле сопутствующих веществ, не реагирующих со щелочами и не разрушающихся при омылении масла.

Примечание: к группе неомыляемых составных частей жира относятся стерины, высокомолекулярные спирты, углеводороды, некоторые красящиее вещества, а также другие специфические сопутствующие вещества, обусловливающие характерные вкус, запах и цвет жира.

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

4.1 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 g

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3^0C, или аппаратура для высушивания под вакуумом по действующий нормативной документации;

Баня водяная по действующий нормативной документации;

Колбы $К_н$ ($П_1$)-250 ТС по ГОСТ 25336;

Конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682;

Холодильники обратные трубчатые длиной 1m – конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682;

Воронки ВЛ-1(3) 250, (500), (1000) ХС по ГОСТ 25336;

Цилиндры 1(3)-25(50,100) по ГОСТ 1770;

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

Эксикатор 1-2 по ГОСТ 25336;

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;

Стеклянные шарики или кусочки пемзы;

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации с (КОН)=2 mol/dm^3 и водный раствор с массовой долей 3-5%;

Эфир петролейный по действующий нормативной документации (фракция, выкипающая при температуре 35-60^0C);

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ГОСТ 18300, с массовой долей 95% и водный раствор с массовой долей 50%;

Фенолфталеин по действующий нормативной документации спиртовой раствор с массовой долей 1%;

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

O'zDSTANDART AXBOROT
STANDARTLASHTIRISH, B
MAZOLATINI
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Допускается применение импортного лабораторного оборудования и приборов с метрологическими характеристиками не ниже установленных стандартом.

5 ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

5.1 Отбор проб хлопкового масла проводят по O'zDSt 1201, а натуральных жирных кислот – по ГОСТ 8285

5.2 Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и перед проведением испытания фильтруют.

5.3 Для приготовления спиртового раствора гидроокиси калия концентрации с (KOH)=2mol/dm^3 120 g гидроокиси калия, взвешенных с погрешностью не более 0,01 g, растворяют в 50 cm^3 дистиллированной воды и разбавляют этиловым спиртом с массовой долей 95% до 1000 cm^3.

6 ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЯ

6.1 В колбу для омыления отвешивают 5 g масла или натуральных жирных кислот с точной погрешностью до 0,005 g и приливают 50 cm^3 спиртового раствора гидроокиси калия концентрации с (KOH)=2mol/dm^3 и несколько стеклянных шариков или кусочков пемзы, препятствующих бурному кипению. Колбу соединяют с обратным холодильником, ставят в кипящую водяную баню и кипятят в течение 1 часа, периодически встряхивая. После этого прибавляют 50 cm^3 воды и, если при этом жидкость мутнеет, производят повторное кипячение.

Содержимое колбы охлаждают, количественно переносят в делительную воронку и ополаскивают колбу несколько раз петролейным эфиром (общий объём 50 cm^3).

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

Мыльный раствор переводят в другую делительную воронку, встряхивают с новой порцией (50 cm^3) петролейного эфира, дают отстояться, отделяют и экстрагируют мыльный раствор третий раз 50 cm^3 петролейного эфира. Если по предварительным данным массовая доля неомыляемых веществ в определенном образце более 1%, то экстракцию неомыляемых веществ из омыленного раствора петролейным эфиром проводят 6 раз.

Для того, чтобы избежать образование эмульсии, добавляют 5-10 cm^3 спирта или 2-3 капли 3-5%-ного раствора едкого калия.

Соединённые эфирные вытяжки сначала промывают слабощелочным 50%-ным спиртом, а затем для удаления остатков мыла повторно промывают порциями по 25 cm^3 50%-ным спиртом (без щелочи) до тех пор, пока фенолфталеин не перестанет давать красного окрашивания промывной жидкости (предварительно разбавленной двойным-тройным объёмом воды).

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

Промытую эфирную вытяжку количественно переносят в предварительно высушенную и взвешенную колбу, сливая раствор через воронку с бумажным фильтром.

Петролейный эфир отгоняют в водяной бане. Полученный остаток высушивают при температуре 80^0C до постоянной массы, взвешивая через каждые 15 min.

За постоянную принимают массу, которая после 15-минутной сушки отличается от предыдущей не более чем на 0,001 g.

7 ПОДСЧЁТ РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 Содержание неомыляемых веществ в испытуемом масле в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \bullet 100}{m},$$

где m - навеска масла, g;

m_1 – масса остатка после высушивания, g.

7.2 Конечный результат выражается как среднее арифметическое двух параллельных определений.

7.3 Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля неомыляемых веществ, %	Допускаемые расхождения, %
Св.0,1 до 0,5	0,15
0,5 до 1,0	0,2
1,0 до 2,0	0,3

O'ZBEKISTON MILLIY
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
MAZOSATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AKSIROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH AGENTLIGI

Библиографические данные

УДК 665.3.001.4:006.354 ОКСТУ 9141 ОКС 67.200.10 Группа Н69

Ключевые слова: неомыляемые вещества, подготовка к испытанию, определения испытания, подсчёт испытания.

O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUROFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Заместитель председателя
Ассоциации предприятий
пищевой промышленности
_____ В.Х. Джураев
«29» 01 2014г.

Начальник отдела по развитию,
модернизации и техническому
перевооружению
_____ Пардаев Г.Э.
«22» 01 2014г.

Начальник отдела по контролю
за качеством, приёмкой и учётом
хлопковых семян, соблюдением
норм выходов хлопкового масла
_____ О.О. Зуфаров
«22» 01 2014г.

Директор ООО «Yog´ tahlil servis»
_____ Н.Ш. Шарипов
«12» 01 2014г.