ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

Методы определения содержание мыла

Издание официальное

Узбекское агенство стандартизации,
метрологии и сертификации

Ташкент – 2014

Предисловие

- Разработан и внесен: ООО «Ёғ тахлил сервис»
- Утверждён и введен в действие постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство «Узстандарт») от «17» 02 2014г. № 05-522
- Взамен O'zDSt 1195:2009.

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 Узбекистана принадлежит Агентству «Узстандарт»

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИЛОТЫ

Методы определения содержания мыла

ЎСИМЛИК ЁҒЛАРИ ВА ТАБИИЙ ЁҒ КИСЛОТАЛАРИ

Совун миқдорини аниқлаш усуллари

VEGETABLE OILS AND NATURAL FATTY ACIDS. METHODS FOR THE DETERMINATION OF SOAP

Methods for the determination of soap content

Дата введения с 21.02.2014

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на хлопковое масло и натуральные жирные кислоты устанавливает методы определения мыла в рафинированных маслах и натуральных жирных кислотах после щелочной рафинации.

Качественный метод – определяет отсутствие мыла (натриевых солей свободных жирных кислот) в рафинированных маслах после щелочной рафинации.

Количественные методы – определяют содержание мыла, оставшегося в масле после щелочной рафинации сырых масел.

Применение методов предусматривается в стандартах на каждый вид рафинированного масла и натуральных жирных кислотах.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1012-72 Бензин авиационный. Технические условия.

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

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Плитка электрическая. Технические условия.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
1173
«17» 02 son bilan
2014 yilda
Davlat ro'yxatiga olindi

ГОСТ 17299-78 Спирт этиловый технический. Технические условия.

ГОСТ 18300-72 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда лабораторная стеклянная. Технические условия.

ГОСТ 29252-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. бюретки без установленного времени ожидания.

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

3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем стандарте применены следующие термины и определения:

- содержание мыла – показатель, характеризующий количественное содержание в рафинированном растительном масле следов солей жирных кислот в пересчете на олеиново-кислий натрий.

Примечание: показатель характеризует эффективность отделения от масла омыленных жирных кислот после проведения щелочной нейтрализации и промывки.

4 ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОТСУТСТВИЯ МЫЛА (КАЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД)

4.1 Аппаратура, реактивы, растворы

Асбест по действующей нормативной документации;

Стеклянные шарики или кусочки пемзы, или стеклянные капилляры;

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

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

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

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ГОСТ 18300;

4.2 Подготовка к испытанию

4.2.1 Отбор проб производят по O'zDSt 1201

4.2.2 Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.

4.2.3 Масло берётся для испытания в непрофильтрованном виде.

4.3 Проведение испытания

4.3.1 В конической колбе вместимостью 250 cm^3 предварительно кипятят 50 cm^3 дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина (при этом вода должна оставаться бесцветной), а затем добавляют около 10 cm^3 испытуемого масла и кипятят в течение от 5 до 10 минут.

Для равномерности кипения в колбу помещают кусочки пемзы или стеклянные капилляры.

По окончании кипячения колбу ставят на лист белой бумаги и добавляют ещё несколько капель фенолфталеина.

STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

4.3.2 При отсутствии мыла в масле нижний слой в колбе после охлаждения должен оставаться бесцветным. Чувствительность метода 0,02%.

5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЕ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ СПИРТО-БЕНЗИНОВОГО РАСТВОРА

5.1 Аппаратура и реактивы

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919

Баня водяная. По действующей нормативной документации

Термометр лабораторный, обеспечивающий температуру 100^0C по действующей нормативной документации

Колбы $К_н$-1-250 по ГОСТ 25336

Цилиндры 1(3)-10(25-50-100) по ГОСТ 1770

Бюретка 1 (2,3,6)-1 (2)-2 (5)-0,01 по действующие нормативной документации

Пипетка 2(3)-1(2)-5(10) по действующие нормативной документации

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ГОСТ 18300 с массовой долей 95%

Бензин авиационный по ГОСТ 1012

Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации с (H_2SO_4)=0,01mol/dm^3

Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор концентрации с (HCI)=0,1mol/dm^3

(При малых количествах мыла в рафинированных маслах следует пользоваться раствором кислоты концентрации с (HCI) или концентрации с (H_2SO_4)=0,1mol/dm^3)

Метиловый красный по действующей нормативной документации водный раствор с массовой долей 0,2%

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

5.2 Подготовка к испытанию

5.2.1 Подготовка к испытанию должна производиться в соответствии с пп.4.2.1; 4.2.2; 4.2.3 настоящего стандарта.

5.3 Проведения испытания

В коническую колбу берут навеску исследуемого масла массой 10 g, прибавляют 5 cm^3 этилового спирта с массовой долей 95% и 30 cm^3 бензина и взбалтывают до полного растворения масла.

К полученной жидкости добавляют 50 cm^3 дистиллированной воды, нагретой до 80-90^0C, взбалтывают до образования эмульсии, прибавляют 5 капель метилового красного и титруют из микробюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации с (H_2SO_4)=0,1 mol/dm^3 или концентрации (HCI)=0,1 или 0,01 mol/dm^3 (жидкость во все время титрования должна оставаться горячей). Прибавление кислоты при титровании

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

производится малыми порциями: вначале по 3-4 капли, затем по 1 капле при интенсивном перемешивании жидкости. После прибавления каждой новой капли кислоты и энергичного перемешивания жидкости смеси дают расслоиться и наблюдают окраску нижнего водного слоя. Как только водный слой титруемой жидкости приобретает слегка розовый оттенок, титрование заканчивают.

В этой же колбе (после того как она будет вымыта) проводят контрольный опыт с точно таким же количеством спирта, бензина и воды, но без навески масла.

5.4 Порядок расчета

5.4.1 Содержание мыла (X) в испытуемом масле в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \bullet F \bullet 0{,}0304}{m} \bullet 100,$$

V_1 - количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при основном опыте, cm^3;

V_2 - количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при контрольном опыте, cm^3;

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

0,0304 – количества мыла, соответствующие 1 cm^3 раствора серной или соляной кислоты концентрации с (H_2SO_4)= 0,1 mol/dm^3 или концентрации (HCl)=0,1 mol/dm^3.

При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот с (H_2SO_4) или концентрации (HCl)=0,01 mol/dm^3 при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;

m – навеска масла, g.

Примечание. Допускается проводить определение содержания мыла с применением питьевой воды.

5.4.2 Конечный результат выражается как среднее арифметическое из двух параллельных определений.

5.4.3 Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,01%.

6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЕ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ АЦЕТОНОВОГО РАСТВОРА

6.1 Аппаратура, реактивы, растворы

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

O'zDSt mahsulotini
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH ...LADIASI

Баня водяная по действующей нормативной документации

Колбы $К_н$-1-250 (500, 1000) по ГОСТ 25336

Колбы мерные 2-1000-1 (2) по ГОСТ 1770

Цилиндры 1(3)-50(100-250) по ГОСТ 1770

Бюретка 1 (2,3,6)-1 (2)-2 (5)-0,01 по ГОСТ 29252

Ацетон по ГОСТ 2603

Кислота соляная по ГОСТ 3118 раствор в ацетоне концентрации с (HCl)=0,01mol/dm^3

Бромфеноловый синий (щелочерастворимый), по действующей нормативной документации раствор в ацетоне с массовой долей 0,01%

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

6.2 Подготовка к испытанию

6.2.1 Приготовление реактивов

Для приготовления раствора бромфенолового синего с массовой долей 0,01% в ацетоне навеску бромфенолофого синего массой 0,1 g растворяют в 20 cm^3 дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 cm^3 и доводят до метки ацетоном.

Для установления значения К концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации с (HCl)=0,01 mol/dm^3 в колбу берут 10 cm^3 раствора едкого натра концентрации с (NaOH)=0,01 mol/dm^3, добавляют 50 cm^3 ацетонового раствора бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации с (HCl)=0,01 mol/dm^3 до перехода сине-зеленой окраски желтую (до первоначальной окраски раствора индикатора). Делают три параллельных титрования и берут среднеарифметическую величину количества (cm^3) соляной кислоты, пошедшей на титрование. Определяют К (HCl) – отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной концентрации HCl в ацетоне концентрации с (HCl)=0,01 mol/dm^3 по формуле

$$К\ (HCl) = \frac{10 \bullet К(NaOH)}{V}$$

где К(NaOH) – отношение фактической мольной концентрации раствора NaOH к номинальной мольной концентрации раствора NaOH концентрации с (NaOH)=0,01 mol/dm^3;

V – количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации с (HCl)=0,01 mol/dm^3, израсходованное на титрование, cm^3.

6.3 Проведение испытания

6.3.1 В сухую взвешенную коническую колбу берут от 5 до 40 g масла (в зависимости от содержания в нём мыла), приливают 50 cm^3 раствора индикатора бромфенолового синего в ацетоне, хорошо встряхивают и дают расслоиться. При наличии мыла в масле верхний ацетоновый слой окрашивается в зелено-синий цвет.

Мыло оттитровывают раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации с (HCl)=0,01 mol/dm^3 до перехода окраски верхнего слоя в

STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI

желтый цвет, соответствующую цвету раствора индикатора. Титрование ведут при частом встряхивании и подогревании колбы в тёплой воде до 30-40^{0}C.

6.4 Обработка результатов

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

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

где K(HCl) – отношение фактической мольной концентрации раствора HCl к номинальной мольной концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl)=0,01 mol/dm^3;

V – количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации c (HCl)=0,01 mol/dm^3, израсходованное на титрование, cm^3;

0,0304 – количества мыла, соответствующие 1 cm^3 раствора концентрации (HCl)=0,1 mol/dm^3 , умноженное на 100, g;

m – навеска масла (жира), g.

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

6.4.3 Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 6% при определении в одной и той же лаборатории, а расхождения между результатами, полученными в разных лабораториях, не должны превышать 16%.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫЛА В ЖИРАХ И МАСЛАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ИЗОПРОПИЛОВОГО СПИРТА

7.1 Аппаратура, реактивы, растворы

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919

Баня водяная по действующей нормативной документации

Колбы К$_н$-1-250 (500, 1000) по ГОСТ 25336

Цилиндры 1(3)-50(100-250) по ГОСТ 1770

Пипетка 2(3)- 1(2)- 5(10) по ГОСТ 29252

Бюретка 1 (2,3,6)-1 (2)-2 (5)-0,01 по ГОСТ 29252

Кислота соляная по ГОСТ 3118, титрованный водный раствор концентрации c (HCl)=0,1mol/dm^3

Пропанол изопропиловый спирт по действующей нормативной документации х.ч.

Бромфеноловый синий (щелочерастворимый) по действующей нормативной документации, раствор в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05%

STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
...ZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

7.2 Подготовка к испытанию

7.2.1 Для приготовления нейтрализованного раствора изопропилового спирта к 1000 cm^3 изопропилового спирта добавляют 5 cm^3 раствора бромфенолового синего в изопропиловом спирте с массовой долей 0,05%. Затем смесь титруют раствором соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,1mol/dm^3 до перехода зелёной окраски в желтую.

7.3 Проведения испытания

7.3.1 В коническую колбу берут исследуемого масла или саломаса от 10 до 50 g (в зависимости от ожидаемой массовой доли мыла). В колбу добавляют нагретый до 70-80^{0}C нейтрализованный изопропиловый спирт в количестве от 50 до 250 cm^3 (в зависимости от навески масла). Раствор нагревают на кипятящей водяной бане в течение от 10 до 15 минут до полного растворения жира и мыла. Добавляют несколько капель раствора бромфенолового синего и содержимое колбы титруют раствором соляной кислоты концентрации с (HCl)=0,1mol/dm^3 до перехода зелёной окраски в желтую.

7.4 Обработка результатов определения

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

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

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

V – количество раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации с (HCl)=0,01 mol/dm^3, израсходованное на титрование навески, cm^3;

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

3,04 – количество мыла, соответствующие 1 cm^3 раствора с (HCl)=0,1 mol/dm^3 , g;

m – навеска масла (жира), g.

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 концентрации от 0,02 до 10%.

O'zbekiston Agentligi
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

Библиографические данные

УДК 665.3.001.4:006.354 ОКСТУ 9141 ОКС 67.200.10 Группа Н 69

Ключевые слова: содержание мыла, отсутствие мыла (качественный метод), титрование спирто-бензиновым раствором, ацетоновый раствор.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
SORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТАНО:

Заместитель председателя
Ассоциации предприятий
пищевой промышленности
_____В.Х. Джураев
«10» 01 2014г.

Начальник отдела по развитию,
модернизации и техническому
перевооружению
_____Пардаев Г.Э.
«17» 01 2014г.

Начальник отдела по контролю
за качеством, приёмкой и учётом
хлопковых семян, соблюдением
норм выходов хлопкового масла
_____О.О. Зуфаров
«17» 01 2014г.

Директор ООО «Yog´ tahlil servis»
_____Н.Ш. Шарипов
«15» 01 2014г.

O'zbekiston Respublikasi
STANDARTLASHTIRISH, DAVLAT
NAZORATINI MUVOFIQLASHTIRISH VA
AXBOROT TEXNOLOGIYALARINI
JORIY ETISH BOSHQARMASI