

ГОСТ 31933-2012

Группа Н69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения кислотного числа

Vegetable oils. Methods for determination of acid value

МКС 67.200.10

Дата введения 2014-01-01

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. N 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 стандартизации	наименование органа по
Армения	AM	Минэкономки Армения	Республики
Беларусь	BY	Госстандарт Беларусь	Республики
Казахстан	KZ	Госстандарт Казахстан	Республики
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. N 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

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

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ Р 12.1.019-2009](#), здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

[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

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ Р 52062-2003](#), здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

[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 ректифицированный технический.

Технические условия

[ГОСТ 20015-88](#) Хлороформ. Технические условия

[ГОСТ 24104-2001*](#) Весы лабораторные. Общие технические требования

* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ Р 53228-2008](#), здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

[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

Примечание - 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.

Таблица 1

Интервал кислотного числа, мг КОН/г	Границы погрешности		Предел повторяемости		Предел воспроизводимости	
	абсолютной, мг КОН/г	относи- тельной, %	абсолютной, мг КОН/г	относи- тельной, %	абсолютной, мг КОН/г	относи- тельной, %

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 тимолфталеин) 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 нейтразуемых 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 титрованием 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 гидроксид 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 гидроксид 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 ректификованный 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 $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$, и нагревают до той же температуры. Затем масло перемешивают. Если после этого масло не становится прозрачным, его фильтруют в шкафу при температуре 50°C .

7.1.3 Проведение измерения

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

При титровании водным раствором гидроксида калия или гидроксида натрия молярной концентрации c (KOH или NaOH)= $0,1$ моль/ дм^3 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 $\text{KOH}/\text{г}$ берут навеску масла массой 1-2 г с точностью до 0,01 г и растворяют ее в 40 см^3 нейтрализованной смеси растворителей.

При кислотном числе масла менее 4 мг $\text{KOH}/\text{г}$ 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 см^3 (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.

Рисунок 1 - Коническая колба с отводной трубкой

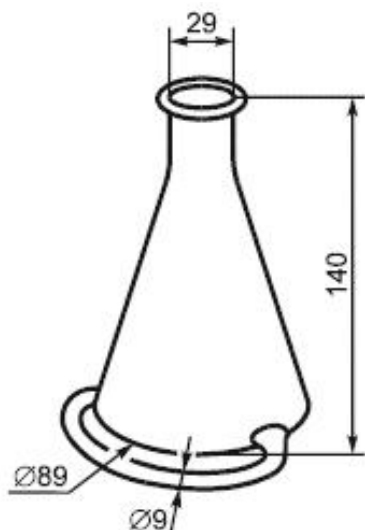


Рисунок 1 - Коническая колба с отводной трубкой

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 тимолфталейна на 50 см³ смеси.

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

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

7.2.2.2 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.

Таблица 2

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

В колбу с навеской приливают 50 см³ нейтрализованной смеси и взбалтывают до растворения масла. К смеси добавляют см³ раствора тимолфталеина и быстро титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси 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 ±0,02 г.

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

Рисунок 2 - Колба специальная для титрования

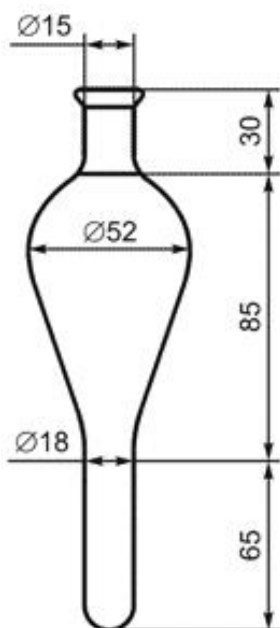


Рисунок 2 - Колба специальная для титрования

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 гидроксид по [ГОСТ 24363](#), х.ч. или ч.д.а. молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 0,25 \text{ моль/дм}^3$ (0,25 н.), водный или спиртовой раствор или натрия гидроксид по [ГОСТ 4328](#), х.ч. или ч.д.а. молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ ммоль/дм}^3$ (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](#).

Фенолфталеин, 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 фенолфталеина. Колбу закрывают пробкой и содержимое встряхивают, затем титруют водным раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации c (KOH или NaOH)=0,25 моль/дм³. При кислотном числе масла менее 4 мг KOH /г допускается применение раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия молярной концентрации c (KOH или NaOH)=0,1 моль/дм³.

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

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

Титрование ведут до появления устойчивой розовой окраски нижнего слоя жидкости.

9 Титриметрический метод с потенциометрической 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.

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 ректификованный 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 рН-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 рН 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 ±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 ректификованный технический по [ГОСТ 18300](#), или изопропиловый спирт.

Калия гидроксид по [ГОСТ 24363](#) х.ч. или ч.д.а.

Натрия гидроксид по [ГОСТ 4328](#) х.ч. или ч.д.а.

Калия гидроксид, 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 гидроксид, 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.

Таблица 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

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 слабовыраженного, 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).

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 (KOH или 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

* Доступ к международным и зарубежным документам, упомянутым здесь и далее по тексту, можно получить перейдя по ссылке на сайт <http://shop.cntd.ru>. - Примечание изготовителя базы данных.

[2] ИСО 661-89 Масла и жиры животные. Подготовка испытываемой пробы

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Стандартинформ, 2014