

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЫ

ГОСТ 5474—66

Издание официальное

БЗ 2-95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ

Москва

133/0

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод определения золы

Vegetable oils.
Method of determination of ash

ГОСТ

5474—66*

Взамен
ГОСТ 5474—50

ОКСТУ 9141

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 11 октября 1966 г.

Дата введения 01.01.68

Ограничение срока действия снято по решению Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—92).

Настоящий стандарт распространяется на масла растительные и жиры и устанавливает метод определения массовой доли общей золы.

Общей золой называется прокаленный минеральный остаток, образующийся после сжигания масла.

Применение метода предусматривается в нормативно-технической документации, устанавливающей технические требования к растительным маслам и жирам.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения массовой доли золы применяется следующая аппаратура и реактивы:

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—80, высокие, наружным диаметром 55 мм, высотой 70 мм;

электрическая плитка по ГОСТ 14919—83;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (май 1995 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1981 г., августе 1986 г., декабре 1991 г. (ИУС 10—81, 11—86, 5—92)

© Издательство стандартов, 1966

© ИПК Издательство стандартов, 1995

баня песочная;
электрическая муфельная печь;
щипцы для тиглей;
эксикатор по ГОСТ 25336—82, исполнение 1, диаметр 180—290 мм;
весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или любые другие весы, обеспечивающие требуемую точность измерения;
фильтры беззольные.
шкаф сушильный лабораторный;
перекись водорода, раствор с массовой долей 10 % по ГОСТ 177—88;
карбонат аммония, х. ч., по нормативно-технической документации;
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

- 2.1. Отбор проб производят по ГОСТ 5471—83.
- 2.2. Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. 10 г (для нерафинированных масел и жиров, в том числе и высококислотных) и 20—25 г (для гидратированных, рафинированных и низкокислотных масел и жиров) отвешивают на весах второго класса точности, с записью результата до четвертого знака в предварительно прокаленный, охлажденный в эксикаторе и взвешенный тигель и сжигают до полного озоления.

Сжигание необходимо производить очень осторожно во избежание сильного воспламенения масла, для чего тигель сначала помещают в песочную баню или электрическую плитку, покрытую асбестом, опускают в масло бумажный фильтр, сделанный из беззольного фильтра, и зажигают его. По мере выгорания фитиля необходимо, не удаляя остатки его, опускать новый или вновь зажигать, если горение прекращается. Когда совершенно прекратится выделение паров и газов, а на дне тигля останется лишь сморщенная корочка, тигель переносят в муфельную печь и, постепенно повышая температуру, озоляют остаток в тигле при температуре не выше 600 °С в течение 1—4 ч в зависимости от того, насколько быстро образуется остаток, не содержащий углерода. Если

после 4 ч прокаливания зола все еще содержит углерод, то добавляют несколько капель перекиси водорода, подсушивают на песчаной бане и снова прокаливают в печи до полного удаления углерода (иногда подобную обработку необходимо повторить).

Затем тигель вынимают из муфельной печи, слегка охлаждают, ставят в эксикатор и через 20—30 мин взвешивают. Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Для высококислотных масел определение проводят по п. 3.1. Прокаливание пустого тигля в печи проводят при температуре 500—550 °С.

После обугливания дают тиглю остыть и переносят остаток в воду. Фильтруют через беззольный фильтр и собирают фильтрат в стакан.

Переносят фильтр с остатком в тигель и помещают в термостат при (103 ± 2) °С до полного высушивания бумаги. Переносят тигель на плитку и осторожно нагревают, как указано в п. 3.1, до обугливания. Затем прокаливают в печи при температуре 500—550 °С до исчезновения углеродных частиц или до тех пор, пока внешний вид остатка не перестанет изменяться. Если в остатке все еще содержится углерод, повторяют процедуру с добавлением перекиси водорода, как указано в п. 3.1. Тигель охлаждают.

Полученный фильтрат количественно переносят в тигель и выпаривают досуха на песчаной бане. Добавляют 0,5—2 г карбоната аммония с целью карбонизации золы, затем прокаливают остаток в печи при температуре 500—550 °С. Охлаждают тигель в эксикаторе и через 20—30 мин взвешивают с точностью до 1 мг. Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы.

3.3. Допускается проводить испытание по ИСО 6884—85 в соответствии с приложением.

3.2—3.3 (Введены дополнительно, Изм. № 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля золы в испытуемом масле (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса навески испытуемого масла в г;

m_1 — масса пустого тигля в г;

m_2 — масса тигля с золой в г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).