

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫЛА

ГОСТ 5480—59

Издание официальное

332
БЗ 5—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ
ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫГОСТ
5480—59

Методы определения мыла

Vegetable oils and natural fatty acids.
Methods for the determination of soap

ОКСТУ 9141

Дата введения 1960—07—01

Настоящий стандарт распространяется на масла растительные и устанавливает методы определения мыла в рафинированных маслах после щелочной рафинации, натуральных жирных кислотах.

Качественный метод — определяет отсутствие мыла (натриевых солей свободных жирных кислот) в рафинированных маслах после щелочной рафинации, натуральных жирных кислотах.

Количественные методы — определяют содержание мыла, оставшегося в масле после щелочной рафинации сырых масел, натуральных жирных кислотах.

Применение методов предусматривается в стандартах или технических условиях на каждый вид рафинированного масла.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТСУТСТВИЯ МЫЛА

(качественный метод)

А. Аппаратура, реактивы, растворы

1. Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Асбест.

Стеклянные шарики или кусочки пемзы, или стеклянные капилляры.

Колбы Кн (П₁)-250 Тс по ГОСТ 25336.

Цилиндры I(3)—25(50, 100) по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—536, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299 или по ГОСТ 18300.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. (Исключен, Изм. № 2).

Б. Подготовка к испытанию

3. Отбор проб производят по ГОСТ 5471.

4. Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.

5. Масло берется для испытания в непрофильтрованном виде.

В. Проведение испытания

6. В конической колбе вместимостью 250 см³ предварительно кипятят 50 см³ дистиллированной воды с несколькими каплями фенолфталеина (при этом вода должна оставаться бесцветной), а затем добавляют около 10 см³ испытуемого масла и кипятят в течение 5—10 мин.

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

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

7. При отсутствии мыла в масле нижний слой в колбе после охлаждения должен оставаться бесцветным.

Чувствительность метода 0,02 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ СПИРТО-БЕНЗИНОВОГО РАСТВОРА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Термометр лабораторный, обеспечивающий температуру 100 °С.

Колбы Кн-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 ГОСТ 29251.

Пипетка 2(3)—1(2)—5(10) по ГОСТ 29169.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299 или по ГОСТ 18300 массовой долей 95 %.

Бензин авиационный по ГОСТ 1012.

Кислота серная по ГОСТ 4204, водный раствор концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³.

(При малых количествах мыла в рафинированных маслах следует пользоваться раствором кислоты концентрации $c(\text{HCl})$ или концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01$ моль/дм³).

Метиловый красный по ТУ 6—09—51—69, водный раствор с массовой долей 0,2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

9. (Исключен, Изм. № 2).

Б. Подготовка к испытанию

10. Подготовка к испытанию должна производиться в соответствии с пп. 3, 4 и 5 настоящего стандарта.

В. Проведение испытания

11. В коническую колбу берут навеску исследуемого масла массой 10 г, прибавляют 5 см³ этилового спирта с массовой долей 95 % и 30 см³ бензина и взбалтывают до полного растворения масла.

К полученной жидкости добавляют 50 см³ дистиллированной воды, нагретой до 80—90 °С, взбалтывают до образования эмульсии, прибавляют 5 капель метилового красного и титруют из микробюретки раствором серной или соляной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ или 0,01 моль/дм³ (жидкость во все время титрования должна оставаться горячей). Прибавление кислоты при титровании 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.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Г. Порядок расчета

12. Массовую долю мыла (X) в испытуемом масле в процентах вычисляют по формуле

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

- где V_1 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при основном опыте, см^3 ;
 V_2 — количество раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование при контрольном опыте, см^3 ;
 F — отношение фактической мольной концентрации раствора соляной или серной кислоты к номинальной мольной концентрации растворов такой же концентрации;
 0,0304 — количество мыла, соответствующее 1 см^3 раствора серной или соляной кислоты концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/ дм^3 .

При использовании для титрования растворов серной или соляной кислот концентрации $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ или концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/ дм^3 при расчете вместо величины 0,0304 используют 0,00304;

m — навеска масла, г.

Примечание. Допускается проводить определение массовой доли мыла с применением питьевой воды.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

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

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЫЛА ТИТРОВАНИЕМ АЦЕТОНОВОГО РАСТВОРА

А. Аппаратура, реактивы, растворы

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

Баня водяная.

Колбы Кн-1—250(500, 1000) по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—50(100, 250) по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2—1000—1(2) по ГОСТ 1770.

Бюретка 1 (2, 3, 6) — 1(2) — 2 (5) — 0,01 по ГОСТ 29251.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/ дм^3 .

Бромфеноловый синий (щелочерастворимый) по ТУ 6—09—1058, раствор в ацетоне с массовой долей 0,01 %.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Б. Подготовка к испытанию

16. Приготовление реактивов

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

Для приготовления раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/ дм^3 , 10 см^3 водного раствора соляной кислоты концентрации $c(\text{HCl}) = 1$ моль/ дм^3 переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки ацетоном.

Для установления значения K концентрации раствора соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/ дм^3 в колбу берут 10 см^3 раствора едкого натра концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/ дм^3 , добавляют 50 см^3 ацетонового раствора бромфенолового синего и титруют раствором соляной кислоты в ацетоне концентрации $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/ дм^3 до перехода