

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ Р 50457—92
(ИСО 660—83)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение кислотного числа и кислотности

Издание официальное

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ****Определение кислотного числа и кислотности**

Animal and vegetable fats and oils.
Determination of acid value and acidity

**ГОСТ Р
50457—92
(ИСО 660—83)**

ОКС 67.200.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 1994—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт распространяется на титрометрический и потенциометрический методы определения свободных жирных кислот в животных и растительных* жирах и маслах. Кислоты выражают в виде кислотного числа или кислотности.

Методы применяют для животных и растительных жиров и масел и не применяют для восков.

2 Ссылка

ГОСТ 8285 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

3 Определения

3.1 Кислотное число — количество миллиграммов гидроокиси калия, требуемое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира или масла.

3.2 Кислотность — условное выражение процентного содержания свободных жирных кислот.

В зависимости от природы жира или масла кислотность может быть выражена в соответствии с требованиями таблицы 1.

Если результаты даются как «кислотность» без дальнейшего уточнения, это значит, что кислотность пересчитана на содержание олеиновой кислоты.

Т а б л и ц а 1

Вид жира или масла	В пересчете на кислоту	Молярная масса, г/моль
Кокосовое масло, пальмоядровое масло или подобные масла	Лауриновую	200
Пальмовое масло	Пальмитиновую	256
Масла из некоторых крестоцветных*	Эруковую	338
Все другие жиры и масла	Олеиновую	282

* Для рапсового масла с низким содержанием эруковой кислоты кислотность должна пересчитываться на олеиновую кислоту.

Если образец содержит минеральные кислоты, то они, по договоренности, рассматриваются как жирные кислоты.

* По ГОСТ Р 52110—2003.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

© Издательство стандартов, 1993
© Стандартинформ, 2006

4 Титриметрический метод

4.1 Метод применяют для жиров и масел не сильно окрашенных.

4.2 Сущность метода

Растворимость навески в смешанном растворителе, титрование присутствующих свободных жирных кислот раствором гидроокиси калия.

4.3 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитически чистыми; используемая вода должна быть дистиллированной или соответствующей чистоты.

4.3.1 Смесь диэтилового эфира и этилового спирта 95 %-ного раствора (V/V) в соотношении 1:1/ V/V .

Предупреждение. Диэтиловый эфир легко воспламеняется и может образовывать взрывчатые перекиси. Он должен быть использован с большой осторожностью.

Тщательно нейтрализовать, добавляя непосредственно перед использованием раствор гидроокиси калия в присутствии 0,3 см³ раствора фенолфталеина на 100 см³ смеси.

Примечание — Если невозможно использовать диэтиловый эфир, то можно применить смесь этилового спирта и толуола. При необходимости этиловый спирт может быть заменен на изопропиловый спирт.

4.3.2 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор этилового спирта, c (КОН) = 0,1 моль/дм³ или c (КОН) = 0,5 моль/дм³.

Точная концентрация спиртового раствора гидроокиси калия должна быть проверена непосредственно перед использованием. Следует использовать раствор, приготовленный не позже чем за пять дней до анализа и перелитый в стеклянную бутылку из коричневого стекла, снабженную резиновой пробкой.

Раствор должен быть бесцветный или соломенно-желтый.

Примечание — Стабильный бесцветный раствор гидроокиси калия может быть приготовлен следующим образом. Кипятить 100 см³ этилового спирта с 8 г гидроокиси калия в течение 1 ч, затем немедленно перегнать. Растворить требуемое количество гидроокиси калия в дистилляте. Оставить раствор в течение нескольких дней и отделить прозрачный верхний слой от осадка карбоната калия.

Раствор также может быть приготовлен без дистилляции следующим образом. Добавить 4 см³ бутилата алюминия к 1000 см³ этилового спирта и дать смеси отстояться в течение нескольких дней. Отделить верхний слой и растворить в нем требуемое количество гидроокиси калия. Этот раствор готов к использованию.

4.3.3 Фенолфталеин

10 г фенолфталеина растворить в 1000 см³ 95—96 %-ного раствора / V/V / этилового спирта; при сильно окрашенных образцах растворить 20 г в 1000 см³ 95—96 %-ного раствора / V/V / этилового спирта.

4.4 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 4.4.1—4.4.3.

4.4.1 Весы аналитические.

4.4.2 Колба коническая вместимостью 250 см³.

4.4.3 Бюretка с ценой деления 0,1 см³ вместимостью 10 см³.

4.5 Отбор проб

Отобрать исследуемую пробу в соответствии с требованиями ГОСТ 8285*.

4.6 Методика определения

4.6.1 Приготовление опытного образца

Подготовить опытный образец в соответствии с требованиями ГОСТ 8285*.

4.6.2 Взятие навески

* Допускается применение до введения ИСО 661 и ИСО 5555 в качестве государственных стандартов.

ГОСТ Р 50457—92

Таблица 2

Ожидаемое кислотное число	Масса навески, г	Точность взвешивания навески, г
<1	20	0,05
1—4	10	0,02
4—15	2,5	0,01
15—75	0,5	0,001
>75	0,1	0,0002

Взять навеску в зависимости от ожидаемого значения кислотного числа согласно требованиям табл. 2.

Поместить навеску в коническую колбу вместимостью 250 см³.

4.6.3 Определение

Растворить навеску в 50—150 см³ предварительно нейтрализованной смеси диэтилового эфира и этилового спирта.

Титровать при перемешивании раствором гидроокиси калия 0,1 моль/дм³ (см. примечание 3) до точки эквивалентности индикатора (розовый цвет фенолфталеина, устойчивый в течение 10 с).

Причина

1 При очень низких кислотных числах (<1) предпочтительно пропускать через опытный раствор слабый поток азота.

2 Стандартный титрованный раствор гидроокиси калия в этиловом спирте может быть заменен водным раствором гидроокиси калия или натрия, когда объем введенной воды не приводит к разделению фаз.

3 Если требуемое количество 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси калия превышает 10 см³, используется раствор 0,5 моль/дм³.

4 Если во время титрования раствор становится мутным, добавить необходимое количество смешанного растворителя для получения прозрачного раствора.

4.6.4 Количество определений

Выполнить два определения на одном и том же образце.

5 Потенциометрический метод

5.1 Сущность метода

Потенциометрическое титрование свободных жирных кислот, содержащихся в навеске, раствором гидроокиси калия в изопропиловом спирте в безводной среде.

5.2 Реактивы

Все реактивы должны быть аналитической степени чистоты, а используемая вода должна быть дистиллированной или эквивалентной чистоты.

5.2.1 Метилизобутилкетон, нейтрализованный непосредственно перед использованием путем добавления раствора гидроокиси калия в изопропиловом спирте в присутствии фенолфталеина до тех пор, пока цвет индикатора не станет розовым.

5.2.2 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор, $c(\text{КОН}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ или $0,5 \text{ моль/дм}^3$.

5.2.2.1 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор, $c(\text{КОН}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ в изопропиловом спирте.

Растворить 7 г сухой гидроокиси калия в изопропиловом спирте и разбавить спиртом до 1000 см³.

5.2.2.2 Гидроокись калия, стандартный титрованный раствор, $c(\text{КОН}) = 0,5 \text{ моль/дм}^3$ в изопропиловом спирте.

Растворить 35 г сухой гидроокиси калия в изопропиловом спирте и разбавить спиртом до 1000 см³.

5.2.2.3 Концентрация.

Точная концентрация раствора должна быть определена непосредственно перед использованием.

Отвесить (с точностью до 0,0002 г) 0,15 г (для раствора, приготовленного по 5.2.2.1) или 0,75 г