

**МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ И НАТУРАЛЬНЫЕ
ЖИРНЫЕ КИСЛОТЫ**

Метод определения неомыляемых веществ

Vegetable oils and natural fatty acids.
Method of determination of unsaponifiables

**ГОСТ
5479—64**

ОКСТУ 9141

Дата введения 1965—07—01

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и натуральные жирные кислоты и устанавливает метод определения массовой доли неомыляемых веществ.

Под неомыляемыми веществами подразумеваются вещества, входящие в состав жиров, которые не реагируют с едкими щелочами в условиях, при которых производится омыление, и извлекаются петролейным или серным эфиром из омыленного жира. Неомыляемые вещества в воде нерастворимы.

К группе неомыляемых составных частей жира относятся стерины, высокомолекулярные спирты, углеводороды, некоторые красящие вещества, а также другие специфические сопутствующие вещества, обуславливающие характерные вкус, запах и цвет жира.

Определение массовой доли неомыляемых веществ в растительных маслах и натуральных жирных кислотах позволяет судить о натуральности и чистоте продукта (отсутствие примесей минерального масла, парафина и т. п.).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

А. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

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

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С, или аппаратура для высушивания под вакуумом.

Баня водяная.

Колбы Кн (П₁)-250 ТС по ГОСТ 25336.

Конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682.

Холодильники обратные трубчатые длиной 1 м — конус КШ 29/32 ТС по ГОСТ 8682.

Воронки ВД-1(3) 250, (500), (1000) ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—25(50, 100) по ГОСТ 1770.

Воронки В-56 (75, 100) — 80 (110, 140, 150) по ГОСТ 25336.

Эксикатор 1—2 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Стеклянные шарики или кусочки пемзы.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а., спиртовой раствор концентрации $c(\text{КОН}) = 2 \text{ моль/дм}^3$ и водный раствор с массовой долей 3—5 %.

Эфир петролейный по нормативно-технической документации (фракция, выкипающая при температуре 35—60 °С).

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или ГОСТ 18300 с массовой долей 95 % и водный раствор с массовой долей 50 %.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение импортного лабораторного оборудования и приборов с метрологическими характеристиками не ниже установленных стандартом.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Отбор проб растительных масел проводят по ГОСТ 5471, а натуральных жирных кислот — по ГОСТ 7580.

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

3. Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и перед проведением испытания фильтруют.

За. Для приготовления спиртового раствора гидроксида калия концентрации $c(\text{КОН}) = 2$ моль/дм³ 120 г гидроксида калия, взвешенных с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и разбавляют этиловым спиртом с массовой долей 95 % до 1000 см³.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4. В колбу для омыления отвешивают около 5 г масла или натуральных жирных кислот с точностью до 0,005 г и приливают 50 см³ спиртового раствора гидроксида калия концентрации $c(\text{КОН}) = 2$ моль/дм³ и несколько стеклянных шариков или кусочков пемзы, препятствующих бурному кипению. Колбу соединяют с обратным холодильником, ставят в кипящую водяную баню и кипятят в течение 1 ч, периодически встряхивая. После этого прибавляют 50 см³ воды и, если при этом жидкость мутнеет, производят повторное кипячение.

Содержимое колбы охлаждают, количественно переносят в делительную воронку и ополаскивают колбу несколько раз петролейным эфиром (общий объем 50 см³).

Все промывные порции петролейного эфира переносят в ту же делительную воронку, сильно встряхивают ее в течение 1 мин, чтобы петролейный эфир тщательно смешался с раствором мыла. Смесь оставляют стоять до полного разделения ее на два слоя.

Мыльный раствор переводят в другую делительную воронку, встряхивают с новой порцией (50 см³) петролейного эфира, дают отстояться, отделяют и экстрагируют мыльный раствор третий раз 50 см³ петролейного эфира. Если по предварительным данным массовая доля неомыляемых веществ в определенном образце более 1 %, то экстракцию неомыляемых веществ из омыленного раствора петролейным эфиром проводят 6 раз.

Для того, чтобы избежать образования эмульсии добавляют 5—10 см³ спирта или 2—3 капли 3—5 %-ного раствора едкого кали.

Соединенные эфирные вытяжки сначала промывают слабощелочным 50 %-ным спиртом, а затем для удаления остатков мыла повторно промывают порциями по 25 см³ 50 %-ным спиртом (без щелочи) до тех пор, пока фенолфталеин не перестанет давать красного окрашивания промывной жидкости (предварительно разбавленной двойным-тройным объемом воды).

Промытую эфирную вытяжку количественно переносят в предварительно высушенную и взвешенную колбу, сливая раствор через воронку с бумажным фильтром.

Петролейный эфир отгоняют в водяной бане. Полученный остаток высушивают при температуре 80 °С до постоянной массы, взвешивая через каждые 15 мин.

За постоянную принимают массу, которая после 15-минутной сушки отличается от предыдущей не более чем на 0,001 г.

Г. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

5. Массовую долю неомыляемых веществ в испытуемом масле в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m — навеска масла, г;

m_1 — масса остатка после высушивания, г.

4, 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. Конечный результат выражается как среднее арифметическое двух параллельных определений.

С. 3 ГОСТ 5479—64

7. Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля неомыляемых веществ, %	Допускаемые расхождения, %
Св. 0,1 до 0,5	0,15
» 0,5 » 1,0	0,2
» 1,0 » 2,0	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственным комитетом по пищевой промышленности при Госплане СССР

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов, мер и измерительных приборов от 29.07.64

3 ВЗАМЕН ГОСТ 5479—50

4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 5471—83	2
ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 7580—91	2
ГОСТ 8682—93	1
ГОСТ 12026—76	1
ГОСТ 17299—78	1
ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 24363—80	1
ГОСТ 25336—82	1
ТУ 6—09—536—87	1

5 Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6 ИЗДАНИЕ с Изменением № 2, утвержденным в июне 1990 г. (ИУС 9—90)