

**ГОСТ 10858 Семена масличных культур.
Промышленное сырье. Методы определения кислотного числа масла
(метод экстрагирования масла настаиванием)**

Рекомендации для постановки анализа для сотрудников без специального образования

На проведение анализа необходимо согласно ГОСТ 10858:

- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> - промывалка объемом 250 мл – 2 шт. (для спирта и воды) - колба мерная с притертой пробкой объемом 1 л – 1 шт. - колба круглодонная с притертой пробкой объемом 250 мл – 2 шт. - воронка лабораторная – 1 шт. (после каждого использования мыть) - колба коническая с притертой пробкой объемом 250 мл – 10 шт. - колба коническая с притертой пробкой объемом 500 мл – 2 шт. - бюретка с краном объемом 50 мл, цена деления 0,1 мл – 2 шт. - бюретка с краном для водного раствора KOH 10 мл, цена деления 0,05 мл – 1 шт. - штатив лабораторный металлический с держателями – 1 шт. - воронка для бюретки маленького диаметра – 2 шт. - магнитная мешалка (желательно) – 1 шт. - мерная колба объемом 100 мл – 1 шт. - пробки для колб – 4 шт. - пипетка для индикатора – 2 шт. - капельница для хранения растворов индикаторов – 2 шт. - мерный стакан на 50 мл – 2 шт. - бойки для фиксаналов – 2 шт. - часовое стекло для навешивания индикаторов – 1 шт. - мерный цилиндр 100 мл – 1 шт. | <ul style="list-style-type: none"> - мерный цилиндр 250 мл – 1 шт. - мерный цилиндр 25 мл – 1 шт. - делительная воронка объемом 500 мл – 1 шт. - колба коническая с притертой пробкой объемом 500 мл – 2 шт. - пипетка Мора объемом 25 мл с грушей – 1 шт. - водяная баня – 1 шт. - круглодонная колба объемом 250 мл – 2 шт. - прямой водяной холодильник – 1 шт. - этиловый спирт нейтральный - калия гидроокись стандарт-титр 0,1 моль/л - серная кислота стандарт-титр 0,1 моль/л - эфир этиловый нейтральный - фенолфталеин, реактив в сыпучем виде - метиловый оранжевый (метиловый), реактив в сыпучем виде - бумага фильтровальная - весы лабораторные, 0,01 г - эксикатор для хранения высушенных колб - стеклянные емкости темного стекла 1 л – 4 шт. |
|--|---|

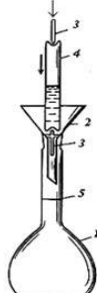
1. Сформировать и тщательно перемешать среднесуточную пробу

2. Подготовить для исследований 2 круглодонные колбы (см. п. 30)

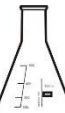
- 2.1. помыть колбы, для обезжиривания использовать средство для мытья посуды
- 2.2. использовать ёршик для мытья внутренней поверхности колб
- 2.3. тщательно прополоскать колбу внутри водопроводной водой
- 2.4. тщательно прополоскать колбу внутри дистиллированной водой
- 2.5. ополоснуть этиловым спиртом
- 2.6. промаркировать колбы (на шлифе колбы с внутренней стороны грифельным карандашом нанести №)
- 2.7. поместить колбы в сушильный шкаф, предварительно разогретый до температуры 105°C на 60 минут
- 2.8. после 60 минут сушки извлечь колбы и поместить в эксикатор
- 2.9. охлаждать в течение 30-40 минут
- 2.10. после этого взвесить колбы с точностью до 0,01 г, результат записать
- 2.11. поместить колбы в эксикатор.

3. Приготовить растворы (**ВСЕ ОПЕРАЦИИ ПРОИЗВОДИТЬ ТОЛЬКО В ВЫТЯЖНОМ ШКАФУ С ВКЛЮЧЕННОЙ ВЕНТИЛЯЦИЕЙ. КРАЙНЕ ОПАСНО!**)

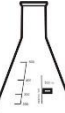
3.1. Подготовка раствора серной кислоты концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/л (0,1 н).

- 
- 3.1.1. Ампулу фиксанала [4] серной кислоты промыть снаружи теплой водой, чтобы смыть этикетку.
 - 3.1.2. Ампулу и боек [3] ополоснуть дистиллированной водой.
 - 3.1.3. В воронку [2] вставить боек коротким острым концом вверх.
 - 3.1.4. Воронку с бойком вставить в горло мерной колбы [1] вместимостью 1 л.
 - 3.1.5. Дно ампулы (с большим углублением) разбить осторожным ударом об острый конец бойка.
 - 3.1.6. После чего пробить вторым бойком верхнее углубление ампулы и дать стечь содержимому ампулы в колбу.
 - 3.1.7. Дистиллированной водой из промывалки полностью вымыть содержимое ампулы через воронку в колбу.
 - 3.1.8. Струей дистиллированной воды из промывалки тщательно промыть наружную и внутреннюю поверхность ампулы, воронку и бойки в мерную колбу
 - 3.1.9. Содержимое колбы вращательными движениями перемешать
 - 3.1.10. Добавить дистиллированную воду до метки [5].
 - 3.1.11. Колбу закрыть притертой пробкой и раствор перемешать.
 - 3.1.12. Хранить приготовленный раствор плотно закрытых емкостях из темного стекла.

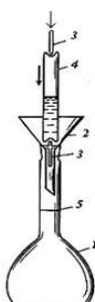
3.2. Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 1%.

- 
- 3.2.1. Взять мерную колбу на 100 мл
 - 3.2.2. Взвесить 1,00 г фенолфталеина, используя часовое стекло
 - 3.2.3. Перенести в колбу через воронку, ополаскивая из промывалки **этиловым** спиртом
 - 3.2.4. Добавить 50-60 мл (примерно половину колбы, на глаз) этилового спирта с концентрацией 94-95%
 - 3.2.5. Перемешать круговыми движениями
 - 3.2.6. Довести этиловым спиртом до метки и перемешать

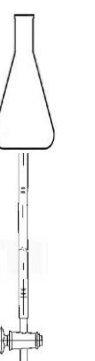
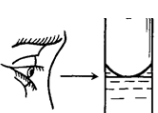
3.3. Приготовление раствора метилового оранжевого (метиловый оранжевый) с массовой долей 0,1%.

- 
- 3.3.1. Взять мерную колбу на 100 мл
 - 3.3.2. Взвесить 0,1 г метилового оранжевого, используя часовое стекло,
 - 3.3.3. Перенести в колбу через воронку, ополаскивая из промывалки **дистиллированной** водой
 - 3.3.4. Добавить 60-80 мл горячей (85-95°C) дистиллированной воды и перемешать круговыми движениями
 - 3.3.5. Охладить до комнатной температуры
 - 3.3.6. Довести дистиллированной водой до метки и перемешать

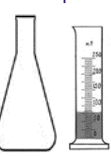

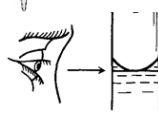
3.4. Подготовка водного раствора КОН концентрации с (КОН) = 0,1 моль/л.

- 
- 3.4.1. Ампулу фиксанала КОН промыть снаружи теплой водой, чтобы смыть этикетку.
 - 3.4.2. Ампулу и боек ополоснуть дистиллированной водой.
 - 3.4.3. В воронку вставить боек коротким острым концом вверх.
 - 3.4.4. Воронку с бойком вставить в горло мерной колбы вместимостью 1 л.
 - 3.4.5. Дно ампулы (с большим углублением) разбить осторожным ударом об острый конец бойка.
 - 3.4.6. После чего пробить вторым бойком верхнее углубление ампулы и дать стечь содержимому ампулы в колбу.
 - 3.4.7. Большим количеством дистиллированной водой из промывалки и быстро полностью вымыть содержимое ампулы через воронку в колбу.
 - 3.4.8. Струей дистиллированной воды из промывалки тщательно промыть наружную и внутреннюю поверхность ампулы, воронку и бойки в мерную колбу
 - 3.4.9. Содержимое колбы вращательными движениями перемешать
 - 3.4.10. Довести дистиллированной водой до метки.
 - 3.4.11. Колбу закрыть притертой пробкой и раствор перемешать
 - 3.4.12. Раствор хранят в плотно закрытой емкости из темного стекла вместимостью 1 л. Не использовать раствор при появлении осадка.

3.5. Расчет коэффициента поправки раствора КОН.

- 
- 
- 3.5.1. Взять три конические колбы вместимостью 250 мл.
 - 3.5.2. Установить в штатив бюретку на 50 мл.
 - 3.5.3. Бюретку заполнить раствором H_2SO_4 , приготовленного из фиксанала (см. выше) через небольшую чистую и сухую воронку, которую после заполнения бюретки сразу же убрать.
 - 3.5.4. Бюретку каждый раз заливать выше нулевой отметки.
 - 3.5.5. Нижний оттянутый конец бюретки должен быть заполнен раствором.
 - 3.5.6. Для удаления из него пузырьков воздуха после заполнения бюретки открыть кран и пустить сильную струю раствора.
 - 3.5.7. Уровень раствора в бюретке спустить до нулевой отметки (глаза должны быть на уровне отметки).
 - 3.5.8. Прилить из этой бюретки по 30 мл раствора H_2SO_4 в каждую колбу.
 - 3.5.9. В каждую колбу добавить 2-3 капли фенолфталеина.
 - 3.5.10. Установить в штатив вторую бюретку на 50 мл
 - 3.5.11. *Бюретку заполнить раствором КОН с помощью стаканчика (п. 3.2) через небольшую чистую и сухую воронку, которую после заполнения бюретки сразу же убрать.*
 - 3.5.12. *Бюретку каждый раз заливать выше нуля.*
 - 3.5.13. *Нижний оттянутый конец бюретки должен быть заполнен раствором.*
 - 3.5.14. *Для удаления из него пузырьков воздуха после заполнения бюретки открыть кран и пустить сильную струю раствора.*
 - 3.5.15. *Уровень раствора в бюретке спустить до нулевой отметки (глаза должны быть на уровне отметки как на рисунке).*
 - 3.5.16. *Каждую колбу последовательно титровать раствором КОН до бледно-розовой окраски: из бюретки добавлять в колбу по каплям раствор КОН после каждой капли тщательно перемешивать круговыми движениями, окончить титрование после приобретения раствором бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 10 секунд*
 - 3.5.17. записать объем КОН, пошедший на титрование раствора в каждой колбе
 - 3.5.18. начинать титрование следующей колбы с доведения объема КОН в бюретке до нулевой отметки
 - 3.5.19. Результат записать для каждой колбы
 - 3.5.20. Высчитать среднее арифметическое значение (V_2) результатов трех определений объемов раствора КОН, израсходованных на титрование H_2SO_4 . Результат записать.
 - 3.5.21. **Рассчитать поправочный коэффициент:**
 $K = V_1 / V_2$, где
K – коэффициент поправки КОН;
 V_1 – объем раствора H_2SO_4 , взятый для титрования, мл
 V_2 – объем раствора КОН, израсходованный на титрование H_2SO_4 , мл

3.6. Приготовление нейтрального этилового спирта

- 
- 
- 
- 3.6.1. Взять коническую колбу объемом 250 мл
 - 3.6.2. В мерный цилиндр отлить 100 мл этилового спирта с концентрацией 94-95%
 - 3.6.3. Перелить спирт в колбу без остатка
 - 3.6.4. Добавить при помощи пипетки 8-10 капель раствора 1% фенолфталеина.
 - 3.6.5. *Бюретку на 10 мл заполнить раствором КОН при помощи стаканчика (п. 3.5.) через небольшую чистую и сухую воронку, которую после заполнения бюретки сразу же убрать.*
 - 3.6.6. *Бюретку каждый раз заливать выше нуля.*
 - 3.6.7. *Нижний оттянутый конец бюретки должен быть заполнен раствором.*
 - 3.6.8. *Для удаления из него пузырьков воздуха после заполнения бюретки открыть кран и пустить сильную струю раствора.*
 - 3.6.9. *Уровень раствора в бюретке спустить до нулевой отметки (глаза должны быть на уровне отметки).*
 - 3.6.10. *Каждую колбу последовательно титровать раствором КОН до бледно-розовой окраски: из бюретки добавлять в колбу по каплям раствор КОН после каждой капли тщательно перемешивать круговыми движениями, окончить титрование после приобретения раствором бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 10 секунд*
 - 3.6.11. По окончании колбу закрыть притертой крышечкой
 - 3.6.12. Готовить непосредственно перед анализом.

3.7. Приготовление нейтрального этилового эфира



- 3.7.1. Взять делительную воронку объемом 500 мл
- 3.7.2. Налить в мерный цилиндр 200 мл диэтилового эфира
- 3.7.3. Перелить его в делительную воронку
- 3.7.4. Добавить в делительную воронку 100 мл дистиллированной воды, предварительно подкрашенной метиловым оранжевым до светло-оранжевого цвета
- 3.7.5. Воронку закрыть пробкой
- 3.7.6. Придерживая пробку и кран осторожными волнообразными движениями перемешать содержимое воронки
- 3.7.7. Перевернуть воронку горизонтально краном вверх (слегка наклонив в сторону пробки)
- 3.7.8. Осторожно приоткрыть кран и удалить пары этилового эфира. Закрыть кран.
- 3.7.9. Перевернуть воронку вертикально и дать отстояться для расслоения жидкостей в ней.
- 3.7.10. После расслоения: слегка приоткрыть пробку; используя кран, спустить нижний слой (воду) в лабораторный стеклянный стакан
- 3.7.11. Определить цвет жидкости: если цвет красный, то повторить операции по нейтрализации (начиная с момента добавления дистиллированной воды) до того момента, пока цвет сливаемой жидкости не станет светло-оранжевым
- 3.7.12. Повторить дважды из расчета необходимого количества нейтрального эфира на два параллельных анализа

4. Выделить навеску пробы семян массой (120) г с точностью до 0,1 г

5. Взвешивание производить на весах ЕК 410i

6. Если температура семян вне диапазона 15-25°C, необходимо контейнер с пробой расположить в лаборатории до выравнивания с указанной температурой вдали от источников тепла и прямых источников лучей.

7. Определить влажность на экспресс-влажномере

8. В семенах с влажностью до 8,0% (включительно) измерения провести без подсушивания.

9. В семенах с влажностью свыше 8,0% измерения провести после подсушивания до 8,0% при температуре 105 °С (см. Пошаговый алгоритм определения влажности. ГОСТ 10856)

10. Удалить сорную примесь (состав сорной примеси по ГОСТ на культуру индивидуально)

11. Навеску п.4 размолоть на мельнице.

11.1. Размол производить в течение 15 сек.

11.2. Извлечь размол из мельницы.

11.3. Поместить его в керамическую ступку.

11.4. Растирая в ступке, довести до требуемого размера частиц.



12. После измельчения полученную массу тщательно перемешать

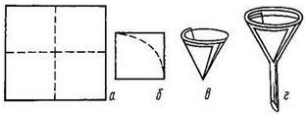
13. Взять **две** конические колбы вместимостью 500 мл каждая (см. рис. к п.п. 21-29)

14. Из размола взять две навески массой 50,00 ± 0,1 г каждая

15. Навески поместить в колбы

16. При помощи мерного цилиндра залить в каждую колбу по 200 мл нейтрального этилового эфира

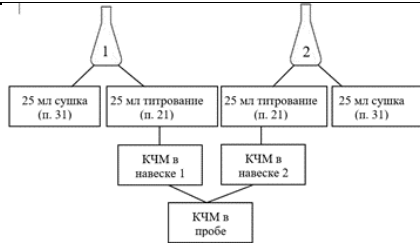
17. Колбы закрыть пробками



18. Колбы выдерживать 2 часа при комнатной температуре (15-25°C)

19. Производить встряхивание через каждые 10 минут (дополнительно допускается взбалтывание плавными круговыми движениями)

20. По истечении 2 часов профильтровать смесь из каждой колбы в чистые конические колбы (2 в 2) объемом 250 мл. Для фильтрования в стеклянную воронку поместить фильтр, изготовленный из фильтровальной бумаги как указано на рисунке (на рис. б, фильтр обрезать по пунктирной линии).



Порядок отбора масла из фильтрата

21. Из каждой колбы (см. рисунок) пипеткой Мора отобрать по 25 мл фильтрата для титрования

22. Поместить в две **чистые** конические колбы объемом 250 мл

23. При помощи мерного цилиндра добавить в каждую колбу по 15 мл нейтрального этилового спирта

24. Добавить 2-3 капли фенолфталеина

25. При помощи бюретки титровать (приливать по каплям) водным раствором КОН массовой концентрации 0,1 моль/л. (**порядок описан в п. 3.5**)

26. После добавления каждой капли КОН производить взбалтывание содержимого колбы круговыми движениями без встряхивания (или использовать магнитную мешалку)

27. Окончить титрование при достижении содержимым колбы слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 10 сек

28. Записать объем (**V**) водного раствора КОН, пошедшего на титрование.

29. Операцию повторить для второй колбы.

Содержимое колб в канализацию не сливать! Отходы подлежат утилизации в установленном порядке.

30. Взять две высушенные круглодонные колбы [1] объемом 250 мл, подготовленные по п.2

31. При помощи мерной пипетки Мора отобрать в них по 25 мл фильтрата (для отгонки и сушки)

32. Поместить колбу [1] на водяную баню, включить электропитание.

33. Производить отгонку эфира с прямым холодильником [2] в коническую колбу [на рисунке схематично сосуд - 3]. Холодильник подключить к проточной воде. Отогнанный эфир сливать в склянку темного стекла с плотно завинчивающейся крышкой.

Внимание! Не допускать прямого нагревания колбы с эфиром на источнике тепла и попадания растворителя на нагревательный элемент. Пожаро- и взрывоопасно! Температура водяной бани 50-60°C.

34. После отгонки эфира поместить колбы в сушильный шкаф, предварительно разогретый до 105 °С

35. Произвести сушку масла до постоянной массы при температуре 105+/-2°C в течение 30 минут

36. По истечении 30 минут:

36.1. колбу извлечь и поместить в эксикатор.

36.2. дать остыть около 40 минут.

36.3. взвесить колбу с точностью 0,01 г. Результат записать.

36.4. колбу поместить в сушильный шкаф на 15 минут (см. п. 35).

37. Операцию «сушка 15 минут - охлаждение в эксикаторе - взвешивание» повторять до тех пор, пока результат последующего взвешивания не будет отличаться от предыдущего более чем на 0,1 г.

38. Вычислять массу масла в 25 мл фильтрата, взятого для титрования:

$$M_{\text{масла в 25 мл}} = m_{\text{колбы с высушенным маслом}} - m_{\text{пустой колбы}}$$

39. Вычислить Кислотное Число Масла (мг КОН)

$X = V * K * 5.611 / M$, где

V – объём раствора КОН, израсходованного на титрование, мл (п. 28)

K – коэффициента поправки к номинальной мольной концентрации раствора КОН (см. п. 3.5)

M – масса масла, определенная в 25 мл фильтрата, г. (п. 38)

5.611 – масса КОН, содержащаяся в 1 мл водного раствора КОН массовой концентрации 0,1 моль / л, мг.

40. За результат измерения принять среднее арифметическое значение двух параллельных определений

41. Если расхождение между результатами двух параллельных определений более 0,1 мг КОН, то необходимо повторить определение

42. В журнале регистрации результатов проставить значение, округленное с точностью до 0,01 мг.

43. Результат в Удостоверении о качестве / ЗПП-47 проставляется с округлением значения до 0,1 мг