

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

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 КОН 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 оранжевый), реактив в сыпучем виде - бумага фильтровальная - весы лабораторные, 0,01 г - эксикатор для хранения высушенных колб - стеклянные емкости темного стекла 1 л – 4 шт. |
|--|---|

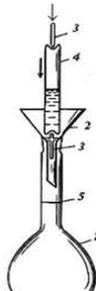
1. Сформировать и тщательно перемешать среднесуточную пробу

2. Подготовить для исследований 2 конические колбы

- 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!**)

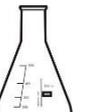
3.1. Подготовка раствора серной кислоты концентрации с $(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/л (0,1 н).

- 
- 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.

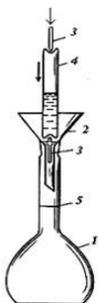
3.2. Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 1%.

- 
- 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%.

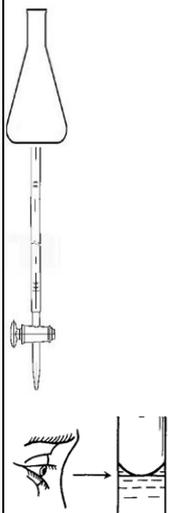
- 
- 3.3.1. Взять мерную колбу на 100 мл
 - 3.3.2. Взвесить 0,1 г метилового оранжевого, используя часовое стекло,
 - 3.3.3. Перенести в колбу через воронку, ополаскивая из промывалки **дистиллированной** водой
 - 3.3.4. Добавить 60-80 мл горячей (85-95°C) дистиллированной воды и перемешать круговыми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

3.4. Подготовка водного раствора КОН концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/л.



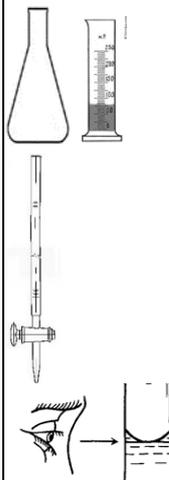
- 3.4.1. Ампулу фиксанала КОН промыть снаружи теплой водой, чтобы смыть этикетку.
- 3.4.2. Ампулу и боек ополоснуть дистиллированной водой.
- 3.4.3. В воронку вставить боек коротким острым концом вверх.
- 3.4.4. Воронку с бойком вставить в горло мерной колбы вместимостью 1 л.
- 3.4.5. Дно ампулы (с большим 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.

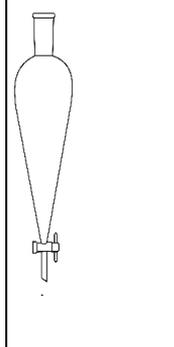
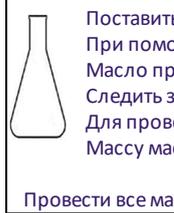
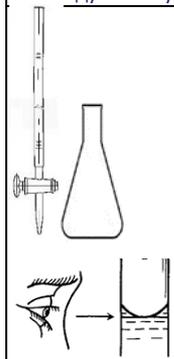


- 3.5.1. Взять три конические колбы вместимостью 250 мл.
- 3.5.2. Установить в штатив бюретку на 50 мл.
- 3.5.3. Бюретку заполнить раствором H_2SO_4 , приготовленного из фиксанала (см. выше) через небольшую чистую и сухую воронку, которую после заполнения бюретки сразу же убрать.
- 3.5.4. Бюретку каждый 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 крышкой
- 3.6.12. Готовить непосредственно перед анализом.

	<p>3.7. Приготовление нейтрального этилового эфира</p> <p>3.7.1. Взять делительную воронку объемом 500 мл</p> <p>3.7.2. Налить в мерный цилиндр 200 мл диэтилового эфира</p> <p>3.7.3. Перелить его в делительную воронку</p> <p>3.7.4. Добавить в делительную воронку 100 мл дистиллированной воды, предварительно подкрашенной метиловым оранжевым до светло-оранжевого цвета</p> <p>3.7.5. Воронку закрыть пробкой</p> <p>3.7.6. Придерживая пробку и кран осторожными волнообразными движениями перемешать содержимое воронки</p> <p>3.7.7. Перевернуть воронку горизонтально краном вверх (слегка наклонив в сторону пробки)</p> <p>3.7.8. Осторожно приоткрыть кран и удалить пары этилового эфира. Закрывать кран.</p> <p>3.7.9. Перевернуть воронку вертикально и дать отстояться для расслоения жидкостей в ней.</p> <p>3.7.10. После расслоения: слегка приоткрыть пробку; используя кран, спустить нижний слой (воду) в лабораторный стеклянный стакан</p> <p>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</p> <p>3.7.12. Повторить дважды из расчета необходимого количества нейтрального эфира на два параллельных анализа</p>
	<p>Приготовить нейтральную спиртоэфирную смесь:</p> <p>Взять коническую колбу на 250 мл</p> <p>При помощи мерного цилиндра отмерить 100 мл приготовленного нейтрального этилового эфира (п. 3.7)</p> <p>Прилить 100 мл этилового эфира в коническую колбу</p> <p>При помощи мерного цилиндра отмерить 50 мл приготовленного нейтрального этилового спирта</p> <p>Прилить 50 мл этилового спирта в коническую колбу</p> <p>Перемешать равномерными круговыми движениями</p>
<p>Выделить навеску из пробы семян массой 250 г с точностью до 0,1 г</p> <p>Взвешивание производить на весах ЕК 410i</p> <p>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.</p>	
<p>Определить влажность на экспресс-влажномере</p>	
<p>В семенах с влажностью до 8,0% (включительно) измерения провести без подсушивания.</p> <p>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)</p>	
<p>Удалить сорную примесь (состав сорной примеси по ГОСТ на культуру индивидуально)</p> <p>Выделить две навески по 100 г с точностью 0,1</p>	
<p>При использовании пресса с двумя приспособления для отжима масла:</p> <p>Навески раздельно засыпать в корпус каждого приспособления</p> <p>К сборнику масла от каждого приспособления присоединить чистую сухую коническую колбу</p> <p>Включить пресс либо вручную начать процесс прессования (отжима) масла</p>	
	<p>После окончания прессования:</p> <p>Взять коническую колбу, приготовленную в п.2 (высушенная)</p> <p>Поставить её на весы ЕК410i, весы обнулить</p> <p>При помощи пипетки на 5 мл отобрать из колбы масло и перенести его в колбу на весах.</p> <p>Масло приливать в центр колбы, не допуская попадания на стенки колбы</p> <p>Следить за показаниями весов</p> <p>Для проведения анализа требуется 5,0 +/- 0,1 г</p> <p>Массу масла записать с точностью 0,1</p>
<p>Провести все манипуляции для второй пробы масла</p> <p>В каждую коническую колбу с навеской масла 5,0 +/- 0,1 г прилить 50 мл нейтральной смеси этилового эфира и этилового спирта (см. выше)</p> <p>Колбы плотно закрыть пробками и тщательно перемешать при помощи встряхивания</p> <p>Перемешивать до момента полного перехода масла в эмульсию (не будет остатка масла на дне колбы)</p> <p>В каждую колбу добавить 8-10 капель фенолфталеина</p>	
	<p><i>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.</i></p> <p><i>Бюретку каждый раз заливать выше нуля.</i></p> <p><i>Нижний оттянутый конец бюретки должен быть заполнен раствором.</i></p> <p><i>Для удаления из него пузырьков воздуха после заполнения бюретки открыть кран и пустить сильную струю раствора.</i></p> <p><i>Уровень раствора в бюретке спустить до нулевой отметки (глаза должны быть на уровне отметки).</i></p> <p><i>Каждую колбу последовательно титровать раствором КОН до бледно-розовой окраски:</i></p> <p><i>из бюретки добавлять в колбу по каплям раствор КОН</i></p> <p><i>после каждой капли тщательно перемешивать круговыми движениями,</i></p> <p><i>окончить титрование после приобретения раствором бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 10 секунд</i></p> <p>Записать объем (V) КОН, который пошел на титрование</p>
<p>39. Вычислить Кислотное Число Масла (мг КОН)</p> $X = [1.17 * V * K * 5.611 / M] + 0.23$, где <p>V – объём раствора КОН, израсходованного на титрование, мл (п. 28)</p> <p>K – коэффициента поправки к номинальной мольной концентрации раствора КОН (см. п. 3.5)</p> <p>M – масса масла, определенная в 25 мл фильтрата, г. (п. 38)</p> <p>5.611 – масса КОН, содержащаяся в 1 мл водного раствора КОН массовой концентрации 0,1 моль / л, мг.</p> <p>1.17 и 0,23 – поправочные коэффициенты для метода прессования с последующим титрованием масла в спирто-эфирной смеси;</p>	
<p>40. За результат измерения принять среднее арифметическое значение двух параллельных определений</p>	
<p>41. Если расхождение между результатами двух параллельных определений более 0,1 мг КОН, то необходимо повторить определение</p>	
<p>42. В журнале регистрации результатов проставить значение, округленное с точностью до 0,01 мг.</p>	
<p>43. Результат в Удостоверении о качестве /ЗПП-47 проставляется с округлением значения до 0,1 мг</p>	

