
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
5477—
2015

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения цветности

(ISO 15305:1998, NEQ)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 августа 2015 г. № 79–П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 сентября 2015 г. № 1348–ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5477–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт разработан с учетом основных положений международного стандарта ISO 15305:1998 «Животные и растительные жиры и масла. Определение цветности по шкале Ловибонда» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of Lovibond colour», NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 5477–93

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2016

В Российской Федерации 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

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ
Методы определения цветностиVegetable oils.
Methods for determination of colour

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает два метода определения цветности нерафинированных и рафинированных растительных масел:

- по йодной шкале в диапазоне от 1 до 100 мг йода для всех масел, кроме хлопкового;
- по шкале Ловибонда в условных единицах для всех масел, включая хлопковое.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.2.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 166-89 Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4159-79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5475-69 Масла растительные. Методы определения йодного числа

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163-76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27068-86 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251-91 (ИСО 383-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32190-2013 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **цветность**: Характеристика цвета растительного масла, выражаемая цветным числом.

3.2 **цветное число по йодной шкале**: Количество миллиграммов свободного йода, содержащегося в 100 см³ стандартного раствора йода, который имеет при одинаковой с маслом толщине слоя такую же интенсивность цвета, как испытуемое масло.

3.3 **цветное число по Ловибонду**: Значение, полученное путем анализа света, прошедшего через жидкое масло с известной толщиной слоя, соответствующее значению, полученному при прохождении света от того же источника через стандартные цветные стекла, выраженное в условных единицах Ловибонда.

4 Условия проведения определения

При подготовке и проведении определений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды..... от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха..... от 20 % до 90 %.

5 Определение цветного числа по шкале стандартных растворов йода

5.1 Сущность метода

Метод основан на сравнении интенсивности цвета испытуемого масла с цветом стандартных растворов йода.

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Пробирки из бесцветного стекла с внутренним диаметром d от 10,0 мм до 11,0 мм (см. рисунок 1а) для изготовления йодной шкалы.

Пробирки из бесцветного стекла с внутренним диаметром d от 10,0 мм до 11,0 мм для испытуемого масла (см. рисунок 1б).

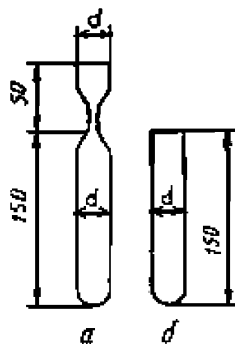


Рисунок 1

Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,01$ г по ГОСТ OIML R 76-1 или по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Колбы 2-100(250)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка I-1(2)-1-10 по ГОСТ 29227.

Бюретка I-3-2-10-0,05 по ГОСТ 29251.

Стакан В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а., дважды возогнанный.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Калий марганцовокислый (калия перманганат) по ГОСТ 20490.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Штангенциркуль по ГОСТ 166.

Допускается применение аппаратуры с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивов, по качеству не ниже установленных в стандарте.

5.3 Подготовка к испытанию

5.3.1 Отбор проб и подготовка пробы

Отбор проб – по ГОСТ 32190.

Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и фильтруют.

5.3.2 Приготовление бидистиллированной воды

Для получения бидистиллированной (дважды перегнанной) воды производят вторичную перегонку дистиллированной воды в обычном аппарате для перегонки с добавлением перманганата калия.

5.3.3 Приготовление раствора крахмала

Водный раствор крахмала с массовой долей 1% готовят по ГОСТ 5475, п. 2.2.7.

5.3.4 Очистка йода

Очистку йода осуществляют двукратной возгонкой по ГОСТ 5475, п. 2.2.4.

5.3.5 Приготовление раствора тиосульфата натрия

Раствор тиосульфата натрия концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.) готовят по ГОСТ 25794.2 с последующим разведением в 10 раз.

5.3.6 Приготовление стандартного водного раствора йода

В стакане взвешивают 0,26–0,27 г дважды возогнанного йода, а также двойное количество йодистого калия и растворяют в 10 см³ бидистиллированной воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки, закрывают пробкой и перемешивают. Точную концентрацию приготовленного раствора йода устанавливают титрованием раствором тиосульфата натрия концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н) в присутствии в качестве индикатора крахмала.

После установления концентрации к приготовленному раствору прибавляют бидистиллированную воду в таком количестве, чтобы в 100 см³ этого раствора содержалось точно 100 мг йода.

5.3.7 Подготовка пробирок

Пробирки для изготовления йодной шкалы тщательно калибруют по величине внутреннего диаметра с помощью штангенциркуля, следя за тем, чтобы для каждой конкретной шкалы внутренние диаметры всех пробирок не различались между собой более чем на 0,1 мм.

Пробирки моют моющим средством, замачивают на сутки в смеси концентрированной соляной и ледяной уксусной кислот, тщательно промывают водой, ополаскивают бидистиллированной водой и высушивают.

5.3.8 Изготовление йодной шкалы

В подготовленные пробирки наливают пипеткой концентрированный стандартный раствор йода и добавляют из бюретки бидистиллированную воду в количестве, указанном в таблице 1.

Таблица 1

Номер пробирки	Концентрированный раствор йода, см ³	Бидистиллированная вода, см ³	Цветное число
1	10,0	—	100
2	9,0	1,0	90
3	8,0	2,0	80
4	7,0	3,0	70
5	6,0	4,0	60
6	5,0	5,0	50
7	4,0	6,0	40
8	3,0	7,0	30
9	2,5	7,5	25
10	2,0	8,0	20
11	1,5	8,5	15
12	1,0	9,0	10
13	0,5	9,5	5
14	0,1	9,9	1

Пробирки осторожно запаивают в узкой части и маркируют, указывая цветное число приготовленных стандартных растворов в соответствии с таблицей 1.

Допускается изготовление дополнительных стандартных растворов с промежуточными значениями цветного числа.

Приготовленные стандартные растворы хранят в темном месте. Срок хранения – не более 6 мес с момента приготовления растворов.

По истечении срока хранения шкалу проверяют сравнением со свежеприготовленными растворами. При сохранении цвета растворов последующий контроль проводят каждые 6 мес. При изменении цвета раствора изготавливают новую шкалу.

5.4 Проведение испытания

В пробирку (см. рисунок 1б) наливают профильтрованное испытуемое масло и сравнивают интенсивность цвета масла с цветом стандартных растворов йода.

Испытание проводят в проходящем и отраженном дневном свете или при свете матовой электрической лампочки.

Цветное число испытуемого масла принимают равным цветному числу стандартного раствора, имеющего одинаковую интенсивность цвета с маслом.

6 Определение цветного числа по шкале Ловибонда

6.1 Сущность метода

Метод основан на сравнении цветовой характеристики, полученной при прохождении света через слой жидкого масла с известной длиной оптического пути с цветовой характеристикой, полученной при прохождении света от того же источника через стандартные цветные стекла. Результаты выражают в условных единицах Ловибонда.

6.2 Аппаратура

Тинтометр Ловибонда, пригодный для определения цветного числа в требуемом интервале значений.

Стандартные цветные стекла из следующего набора, в единицах Ловибонда:

Красный	0,1–0,9	1,0–9,0	10,0–70,0
Желтый	0,1–0,9	1,0–9,0	10,0–70,0
Синий	0,1–0,9	1,0–9,0	10,0–40,0
Нейтральный	0,1–0,9	1,0–3,0	

* Допускается использование других цветомеров, основанных на применении стандартных цветных стекол Ловибонда, дающих сопоставимые результаты.

Кюветы стеклянные из оптического стекла со следующими длинами оптического пути: 1,6 мм (1/16"); 3,2 мм (1/8"); 6,4 мм (1/4"); 12,7 мм (1/2"); 25,4 мм (1"); 76,2 мм (3"); 133,4 мм (5 1/4").

6.3 Подготовка к испытанию

6.3.1 Отбор проб и подготовка пробы

Отбор проб – по ГОСТ 32190.

Лабораторную пробу испытуемого масла хорошо перемешивают и фильтруют. Твердые масла предварительно расплавляют при температуре на 10 °С выше точки плавления. Анализируемая проба должна быть прозрачной.

6.4 Проведение испытания

6.4.1 Устанавливают тинтометр таким образом, чтобы он не находился непосредственно у окна или на прямом солнечном свете. Стеклянные кюветы тщательно моют и высушивают и, если необходимо (для твердых масел), предварительно нагревают.

Наливают анализируемую пробу в кювету такой длины, чтобы полученное значение цветного числа находилось внутри одного из интервалов, приведенных в 6.2 для стандартных цветных стекол.

Кювету с пробой устанавливают в ячейку прибора, закрывают крышку прибора и немедленно определяют цвет пробы, используя набор стандартных цветных стекол. Начинают подбор стекол с соотношения желтых и красных условных единиц 10,0:1,0, чтобы получить ориентировочное значение, затем корректируют это соотношение, стараясь минимально использовать синие и нейтральные стекла (синие и нейтральные стекла не должны использоваться одновременно; нельзя использовать более 9,0 синих или 3,0 нейтральных), до тех пор, пока не будет получено точное совпадение цвета.

Предостережение – Оператор должен отрывать взгляд от окуляра прибора каждые 30 с, чтобы избежать усталости глаз.

Примечания

1 Необходимо использовать бесцветные стекла для выравнивания яркости полей образца и цветных стекол для компенсации потери света на стеклянных поверхностях.

2 Для более точного выравнивания яркости полей может потребоваться введение нейтральных и синих стекол, но не тех и других вместе, для уменьшения яркости поля, соответствующего используемым стеклам, относительно яркости поля, соответствующего анализируемой пробе.

6.4.2 Обработка результатов

Испытание должно выполняться двумя операторами.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение определений, выполненных двумя операторами. Если значения, полученные двумя операторами, сильно различаются, привлекают третьего оператора, и для расчета используют два ближайших значения из трех.

Результат выражают числом красных, желтых и синих (или нейтральных) условных единиц с указанием длины оптического пути использованной кюветы. Вычисления проводят до первого десятичного знака.

7 Требования безопасности при проведении работ

Помещение лаборатории должно быть оборудовано вытяжной вентиляцией.

Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами – по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с приборами – по ГОСТ 12.2.007, требования пожарной безопасности – по ГОСТ 12.1.018.

8 Требования к квалификации оператора

Анализ должен выполняться лаборантом, освоившим настоящую методику и прошедшим инструктаж по технике безопасности в химической лаборатории.

Ключевые слова: масла растительные, цветное число, йодная шкала, проведение испытания, тинтометр Ловибонда

Редактор *Н.Н. Мигунова*

Корректор *Ю.М. Прокофьева*

Компьютерная вёрстка *Д.М. Кульчицкого*

Подписано в печать 24.02.2016. Формат 60x84^{1/8}.
Усл. печ. л. 0,93. Тираж 65 экз. Зак. 3760.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru