

---

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(EASC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)

---



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ

(проект, ВУ,  
окончательная ре-  
дакция)

---

## МАСЛО РАПСОВОЕ

Фотометрический (колориметрический) метод определения  
массовой доли серы

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

# ГОСТ

(проект, ВУ окончательная редакция)

## Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

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

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протоколом от \_\_\_\_\_ 20\_\_ г. № \_\_\_\_\_)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т****МАСЛО РАПСОВОЕ****Фотометрический (колориметрический) метод определения массовой доли серы****RAPSEED OIL****Photometric (colorimetric) method for determining the mass fraction of sulfur**

Дата введения \_\_\_\_\_

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на масло рапсовое (далее – масло) и устанавливает фотометрический (колориметрический) метод определения массовой доли серы. Метод предназначен для применения при проведении производственного контроля и научных исследований.

Диапазон измерений массовой доли серы – от 1 до 75 млн<sup>-1</sup> (мг/кг).

Настоящий стандарт не применяется в целях обязательной оценки (подтверждения) соответствия и государственного контроля (надзора).

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 84 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

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

ГОСТ 2053 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4147 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4456 Реактивы. Кадмий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6824 Глицерин дистиллированный. Общие технические условия

ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

## ГОСТ

(проект, ВУ, окончательная редакция)

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

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

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

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32190 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

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

**П р и м е ч а н и е** – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации ([www.easc.by](http://www.easc.by)) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Требования безопасности

3.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

3.2 Помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

3.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и должно быть оснащено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

### 4 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование химического профиля и опыт работы в химической лаборатории, владеющие техникой проведения фотометрического метода, освоившие выполнение всех операций, предусмотренных настоящим стандартом.

### 5 Требования к условиям проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха –  $(20 \pm 5)$  °С;
- атмосферное давление – от 84,0 до 106,7 кПа;
- влажность воздуха – не более 80 %.

Выполнение измерений проводят в токе азота или другого инертного газа.

### 6 Сущность метода

Метод основан на десульфировании соединений двухвалентной серы, содержащихся в пробе масла, активированным никелем, получении сероводорода в реакции сульфида никеля с соляной кислотой, перегонке образовавшегося сероводорода в поглотительный раствор ( $\text{CdSO}_4/\text{NaOH}$ ), образова-

нии метиленового голубого при взаимодействии треххлористого железа, N,N-диметил-п-фенилендиамина и содержащего поглотительного раствора, с последующим фотометрическим измерением окрашенных растворов при длине волны 670 нм.

Массовую долю серы в образце масла рассчитывают на основании предварительно построенной градуировочной зависимости оптической плотности растворов от массы серы в растворе, с учетом общей массы серы, установленной по градуировочной зависимости, массы серы в навеске активированного никеля и массы серы в пробе масла.

## 7 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями раздела 6 ГОСТ 32190.

## 8 Средства измерений, вспомогательное оборудование, лабораторная посуда, реактивы и материалы

8.1 Для проведения испытаний применяют:

Ареометры по ГОСТ 18481 типов АОН-1, АОН-2 и АОН-4 с ценой деления шкалы не более 5 кг/м<sup>3</sup>.

Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры 75 °С – 80 °С.

Бюретка 1–1(2, 3)–1(2)–25 по ГОСТ 29251.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Весы лабораторные неавтоматического действия с наибольшим пределом взвешивания 200 г, специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 или 1000 г, обычного класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.

Воронки В-36–80 или В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы П1–1000–42 или П2–1000–42 по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью 250, 500, 2000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные

Колбы мерные 2–100–2–10/19, 2–200–2–14/23, 2–250–2–14/23, 2–500–2–14/23 и 2–1000–2–19/26 по ГОСТ 1770.

Плитка электрическая любого типа с закрытой спиралью и регулятором температуры по ГОСТ 14919.

Пипетки 1 (2)–1 (2)–1 (2)–1 (2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Пробирки мерные П-2–25–02 ХС по ГОСТ 1770.

Сито с диаметром отверстий 0,1 мм.

Спектрофотометр [спектроколориметр, фотоколориметр, фотометр, фотометрический анализатор или аналогичный прибор], позволяющий измерять оптическую плотность раствора при длине волны 670 нм в оптических кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 1 и 5 см (далее – прибор).

Стаканы термостойкие вместимостью 50, 150, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-14/8 или СВ-24/10 по ГОСТ 25336.

Установка для испытаний (см. приложение А).

Фильтры бумажные с красной полосой.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1 %.

Цилиндры мерные 2–25 или 4–25; 1–50 или 3–50; 1–100 или 4–100 по ГОСТ 1770.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Азот газообразный, особой чистоты по ГОСТ 9293.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Глицерин дистиллированный по ГОСТ 6824.

N,N-диметил-п-фенилендиамин серноокислый (ДМФДА), ч.

Железо треххлористое по ГОСТ 4147, ч. д. а.

Изопропиловый спирт (изопропанол-2) по ГОСТ 9805, х. ч.

Йод по ГОСТ 4159, ч., возогнанный.

Йодистый калий по ГОСТ 4232, ч.

Кадмий серноокислый по ГОСТ 4456, ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4207, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.

## ГОСТ

(проект, ВУ, окончательная редакция)

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.

Натрий сернистый 9-водный (сульфид натрия) по ГОСТ 2053, ч.

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

Натрий углекислый по ГОСТ 84, ч.

Сплав никель-алюминий (30-50 % никеля) порошкообразный.

Спирт этиловый ректификованный по нормативному документу, действующему на территории государства - участника Соглашения, в котором введен в действие настоящий стандарт.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

## 9 Подготовка к проведению измерений

### 9.1 Подготовка установки для испытаний

Для проведения испытаний с целью определения массовой доли серы собирают установку для испытаний в соответствии с Приложением А. Все используемые шлифы предварительно смазывают глицерином.

### 9.2 Приготовление растворов

#### 9.2.1 Приготовление обескислороженной дистиллированной воды

Колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> заполняют дистиллированной водой и пропускают через нее азот со скоростью 60-70 пузырьков в минуту в течение 15-20 мин.

Колбу с приготовленной обескислороженной водой закрывают пробкой.

Используют свежеприготовленной (в течение 2 ч).

#### 9.2.2 Приготовление раствора сульфида натрия для построения градуировочной зависимости

Взвешивают на весах лабораторных около 10 г сульфида натрия 9-водного с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, подготовленной по 9.2.1. Содержимое колбы перемешивают до полного растворения сульфида натрия, доводят объем раствора до метки обескислороженной дистиллированной водой и тщательно перемешивают раствор (Раствор А). Массовая концентрация серы в полученном растворе около 1300 мкг/см<sup>3</sup>. Раствор А стабилен в течение 2 ч.

Из раствора А готовят раствор Б.

Отбирают пипеткой 2,5 см<sup>3</sup> раствора А, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки обескислороженной дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Массовая концентрация серы в полученном растворе около 13 мкг/см<sup>3</sup>. Раствор Б стабилен в течение 2 ч.

Раствор Б используют непосредственно для построения градуировочной зависимости.

Допускается при приготовлении раствора сульфида натрия использовать стандартный образец соответствующей концентрации.

#### 9.2.3 Приготовление водного раствора крахмала массовой долей 1 %

Взвешивают на весах лабораторных 1 г крахмала с точностью до второго десятичного знака, переносят в стакан, добавляют 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, охлажденной до (20±2) °С, перемешивают до образования однородной суспензии. Полученную суспензию вливают тонкой струйкой в 80 см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды, кипятят 2-3 мин и охлаждают.

Полученный раствор используют в качестве индикатора.

#### 9.2.4 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.)

##### 9.2.4.1 Подготовка дистиллированной воды

В коническую колбу из термостойкого стекла наливают дистиллированную воду и нагревают на электрической плитке до кипения. Кипятят в течение 15 - 20 мин. Затем воду быстро охлаждают под струей холодной воды (осторожно!) до комнатной температуры.

Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют только свежеподготовленную воду.

##### 9.2.4.2 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.)

Взвешивают на весах лабораторных около 25 г тиосульфата натрия с точностью до второго десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, подготовленной по 9.2.4.1. К полученному раствору тиосульфата натрия добавляют 0,2 г углекислого натрия

и доводят объем раствора до метки водой, подготовленной по 9.2.4.1. Раствор тиосульфата натрия выдерживают 10-15 дней без доступа света (в темном месте), после чего определяют титр.

#### 9.2.4.3 Определение коэффициента поправки $F$

Взвешивают 2,5 г йодистого калия и переносят в стеклянный стаканчик для взвешивания с пришлифованной пробкой, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Стаканчик для взвешивания выдерживают 15 мин при комнатной температуре. Если стаканчик для взвешивания снаружи покрывается влагой, ее снимают фильтровальной бумагой. Затем стаканчик для взвешивания с полученным раствором йодистого калия взвешивают на весах лабораторных с точностью до четвертого десятичного знака.

На весах лабораторных взвешивают около 0,5 г возогнанного йода с точностью до второго десятичного знака и осторожно переносят его в стаканчик для взвешивания с раствором йодистого калия, следя за тем, чтобы йод не попал на наружные стенки стаканчика. Стаканчик для взвешивания закрывают крышкой, взвешивают на весах лабораторных с точностью до четвертого десятичного знака.

В коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> с пришлифованной пробкой вносят 200 см<sup>3</sup> воды и около 1 г йодистого калия. Коническую колбу наклоняют и вводят в горло закрытый стаканчик для взвешивания с растворенным йодом, при этом в момент опускания его на дно колбы, с него снимают крышку, которую также опускают в колбу.

Полученный раствор йода титруют раствором тиосульфата натрия, приготовленным по 9.2.4.2, до соломенно-желтого цвета. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> водного раствора крахмала, приготовленного по 9.2.3, и продолжают титровать до обесцвечивания раствора.

Для определения отношения фактической концентрации раствора тиосульфата натрия, приготовленного в соответствии с 9.2.4.2, к номинальной концентрации  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.) рассчитывают коэффициент поправки  $F$  по формуле

$$F = \frac{m}{V \cdot 0,01269} \quad (1)$$

где  $m$  – масса навески йода, г;

$V$  – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,01269 – масса йода, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.).

9.2.4.4 Допускается готовить титрованные растворы, используя стандарт-титры (фиксаналы) в ампулах.

Допускается готовить раствор тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.) в соответствии с пунктом 2.11 ГОСТ 25794.2.

### 9.2.5 Приготовление раствора йодистого калия

Взвешивают на весах лабораторных ( $35 \pm 0,5$ ) г йодистого калия, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и добавляют 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Колбу встряхивают до полного растворения йодистого калия в воде. Раствор выдерживают 30 мин при комнатной температуре без доступа света (в темноте). Полученный раствор используют для приготовления раствора йода в соответствии с 9.2.6.

### 9.2.6 Приготовление раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.)

#### 9.2.6.1 Приготовление раствора йода.

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают раствор йодистого калия, приготовленный по 9.2.5.

Взвешивают на весах лабораторных около 12,7 г возогнанного йода с точностью до второго десятичного знака, переносят в мерную колбу с раствором йодистого калия. Взбалтывают до полного растворения йода в растворе йодистого калия, доводят объем до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают.

#### 9.2.6.2 Определение коэффициента поправки $F_1$ .

В коническую колбу с притертой пробкой вносят 25 см<sup>3</sup> раствора йода, приготовленного по 9.2.6.1, добавляют 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и титруют раствором тиосульфата натрия, приготовленным по 9.2.4, до перехода бурого окрашивания в соломенно-желтый цвет. Затем добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала, приготовленного по 9.2.3, и продолжают титрование до полного обесцвечивания раствора.

## ГОСТ

(проект, ВУ, окончательная редакция)

Для определения отношения фактической концентрации раствора йода, приготовленного в соответствии с 9.2.6.1, к номинальной концентрации раствора йода 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, рассчитывают коэффициент поправки  $F_1$  по формуле

$$F_1 = \frac{V \cdot F}{V_1} \quad (2)$$

где  $V$  – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$F$  – коэффициента поправки, определенный по 9.2.4.3;

$V_1$  – объем титруемого раствора йода, см<sup>3</sup>.

9.2.6.3 Допускается готовить титрованные растворы, используя стандарт-титры (фиксаналы) в ампулах.

Допускается готовить раствор йода молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.) в соответствии с пунктом 2.3 ГОСТ 25794.2.

### 9.2.7 Приготовление раствора ДМФДА

В термостойкий стакан вносят 30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и осторожно, соблюдая правила работы с кислотами, по каплям при перемешивании добавляют 50 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. После охлаждения раствора вносят 20,6 г ДМФДА, тщательно перемешивают.

Отбирают 2,5 см<sup>3</sup> полученного раствора и вносят в стакан, содержащий 100 см<sup>3</sup> водного раствора серной кислоты (50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 50 см<sup>3</sup> серной кислоты). Раствор используют для приготовления растворов при построении градуировочной зависимости (9.5) и измерении содержания серы в активированном никеле (10.1) и масле (10.2).

### 9.2.8 Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации 2,5 моль/дм<sup>3</sup> (2,5 н.)

Взвешивают на весах лабораторных 100 г гидроокиси натрия (NaOH) с точностью до второго десятичного знака, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и перемешивают.

### 9.2.9 Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации 2,7 г/дм<sup>3</sup>

Взвешивают на весах лабораторных 2,7 г гидроокиси натрия (NaOH) с точностью до второго десятичного знака, вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

### 9.2.10 Приготовление водных растворов соляной кислоты с массовой долей 10 % и 25 %

Растворы готовят разбавлением концентрированной соляной кислоты дистиллированной водой до плотности соответственно 1050 кг/м<sup>3</sup> и 1125 кг/м<sup>3</sup>, определяемой ареометром.

### 9.2.11 Приготовление водного раствора сернокислого кадмия массовой концентрации 8,6 г/дм<sup>3</sup>

Взвешивают на весах лабораторных 8,6 г сернокислого кадмия (CdSO<sub>4</sub>) с точностью до второго десятичного знака, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

### 9.2.12 Приготовление раствора треххлористого железа с массовой долей 10 %

Взвешивают на весах лабораторных 10 г треххлористого железа с точностью до второго десятичного знака, переносят в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. К раствору добавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

## 9.3 Подготовка активированного никеля

Порошкообразный сплав никель-алюминий (далее – сплав) просеивают через сито с диаметром отверстий 0,1 мм и тщательно перемешивают для повышения однородности состава.

Взвешивают на весах около 0,3 г сплава с точностью до четвертого десятичного знака, переносят в колбу. Сплав активируют, разлагая его 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, приготовленного по 9.2.8. При выделении водорода колбу нагревают на водяной бане температурой 75 °С – 80 °С в течение 10 мин. Осадок декантируют, промывают дистиллированной водой до отсутствия реакции на щелочь по фенолфталеину. Затем промывают 10 см<sup>3</sup> этилового спирта, 10 см<sup>3</sup> изопропилового спирта и заливают 10 см<sup>3</sup> изопропилового спирта. Все операции по промывке осадка проводят, не допуская его соприкосновения с воздухом более чем на 10 с.

Полученный в ходе проведенных операций активированный никель в растворе изопропилового спирта используют для измерений.

Если активированный никель используют не сразу после приготовления, его необходимо хранить в закрытом сосуде под слоем изопропилового спирта, с учетом его пирофорности.

#### 9.4 Определение массовой концентрации серы в растворах сульфида натрия, используемых для построения градуировочной зависимости.

Отбирают 25 см<sup>3</sup> раствора А, приготовленного по 9.2.2, вносят в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора йода с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 9.2.6, 5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, приготовленного по 9.2.10, массовой концентрации 10 %, 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и титруют раствором тиосульфата натрия, приготовленным по 9.2.4.

Массовую концентрацию серы в растворе А (С<sub>1</sub>), мкг/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{(V_3 \cdot F_1 - V_4 \cdot F) \cdot 1,603 \cdot 1000}{V_0} \quad (3)$$

где V<sub>0</sub> – объем титруемого раствора А, см<sup>3</sup>;  
 V<sub>3</sub> – объем раствора йода по 9.2.6, см<sup>3</sup>;  
 F<sub>1</sub> – коэффициент поправки, определенный по 9.2.6.2;  
 V<sub>4</sub> – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
 F – коэффициент поправки, определенный по 9.2.4.3;  
 1,603 – количество серы, эквивалентное 1 см<sup>3</sup> раствора йода концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1н.), мг.

Массовую концентрацию серы в растворе Б (С<sub>2</sub>), мкг/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_2 = \frac{C_1}{10} \quad (4)$$

где С<sub>1</sub> – массовая концентрация серы в растворе А, мкг/см<sup>3</sup>;  
 10 – коэффициент, учитывающий разведение раствора А.

#### 9.5 Построение градуировочной зависимости

Для построения градуировочной зависимости используют две серии мерных пробирок или цилиндров с шлифованной пробкой вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Раствор Б, приготовленный в соответствии с 9.2.2, вносят в пробирки (цилиндры) из первой серии в количестве: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см<sup>3</sup>, из второй серии - 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 см<sup>3</sup>.

В каждую пробирку (цилиндр) добавляют по 10 см<sup>3</sup> раствора сернистого кадмия, приготовленного по 9.2.11, и раствора гидроксида натрия, приготовленного по 9.2.9. Затем добавляют по 0,3 см<sup>3</sup> раствора ДМФДА, приготовленного по 9.2.7. Пробирки закрывают и сильно встряхивают. Добавляют по 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлористого железа, приготовленного по 9.2.12, после чего встряхивают, закрыв пробирки. При этом вначале проявляется малиново-красное окрашивание, которое затем переходит в сине-голубое (в зависимости от содержания серы) окрашивание различной степени интенсивности. Доводят объем полученного раствора до 25 см<sup>3</sup> дистиллированной водой.

Измеряют оптическую плотность полученных растворов на приборе при длине волны 670 нм (для фотоколориметра используют красный светофильтр № 8) в кювете толщиной слоя 1 см для первой серии пробирок и 5 см – для второй серии пробирок.

В кювету сравнения помещают раствор сравнения, приготовленный с использованием тех же реактивов, за исключением раствора Б.

Для каждой толщины кюветы строят градуировочную зависимость в координатах: оптическая плотность – масса серы, мкг.

## 10 Проведение измерений

### 10.1 Определение массы серы в активированном никеле

Как правило активированный никель содержит некоторое количество серы, поэтому в расчетах при определении массовой доли серы в масле учитывают массу серы в активированном никеле.

Для проведения химической реакции с целью последующего определения массы серы в активированном никеле используют установку для испытаний (рисунок А.1).

## ГОСТ

(проект, ВУ, окончательная редакция)

В склянку для очистки азота вносят равные объемы (15 – 20) см<sup>3</sup> растворов сернокислого кадмия массовой концентрации 8,6 г/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 9.2.11, и гидроокиси натрия массовой концентрации 2,7 г/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 9.2.9, и присоединяют к установке для испытаний.

В поглотительный сосуд вносят 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислого кадмия и 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия, указанных выше концентраций, и присоединяют к установке для испытаний.

В стаканчике для взвешивания взвешивают 2,5 см<sup>3</sup> ( $m_{н1}$ ) активированного никеля, подготовленного по 9.3, переносят в реакционную колбу. Реакционную колбу присоединяют к насадке и через капельную воронку пропускают азот в колбу со скоростью 10 - 20 пузырьков в минуту, предварительно очищенный при прохождении через склянку для очистки азота.

Реакционную колбу нагревают на водяной бане при температуре 75 °С – 80 °С в течение 35 - 40 мин для десульфирования активированного никеля.

Через 35 - 40 мин подачу азота прекращают, перекрывая кран в капельной воронке, и вынимают из воронки трубку, подводящую азот.

В капельную воронку вводят 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, приготовленного по 9.2.10, присоединяют трубку, подающую азот, открывают кран капельной воронки и под давлением вводят кислоту в реакционную колбу. Первые (1 – 2) см<sup>3</sup> кислоты вводят очень осторожно, медленно, по каплям, так как происходит бурное выделение водорода. После введения всего количества кислоты продолжают пропускать газ и нагревать колбу в течении 30 - 35 мин.

Выделяющийся сероводород перегоняют током азота через холодильник в поглотительный сосуд, где он связывается с сернокислым кадмием.

Через 30 - 35 мин поглотительный сосуд отсоединяют от насадки и через аллонж вводят в него 0,3 см<sup>3</sup> раствора ДМФДА, приготовленного по 9.2.7. Раствор встряхивают, предварительно закрыв сосуд пробкой. Добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлористого железа, приготовленного по 9.2.12, после чего встряхивают, закрыв аллонж пробкой. При этом раствор окрашивается в сине-голубой цвет (образуется метиловый голубой). Аллонж и трубку промывают дистиллированной водой 1 - 2 см<sup>3</sup>, присоединяя промывные воды к реакционному раствору, и доводят его объем в поглотительном сосуде до 25 см<sup>3</sup> дистиллированной водой.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на приборе при длине волны 670 нм (для фотоколориметра используют красный светофильтр № 8) в кювете толщиной слоя 5 см или 1 см в зависимости от интенсивности окраски полученного раствора.

В кювету сравнения вносят по 10 см<sup>3</sup> растворов сернокислого кадмия и гидроокиси натрия, добавляют 0,3 см<sup>3</sup> раствора ДМФДА и 0,5 см<sup>3</sup> раствора хлористого железа.

По градуировочной зависимости, используя измеренное значение оптической плотности, находят массу серы  $A_{н1}$ , мкг, которая содержится в анализируемом количестве активированного никеля. Используя полученное значение, рассчитывают массовую долю серы в активированном никеле ( $X_{н1}$ ) в соответствии с 11.1.

### 10.2 Определение массы серы в масле

Взвешивают навеску пробы анализируемого масла (0,2 - 3,0) г на весах специального класса точности с точностью до четвертого десятичного знака, учитывая максимальное значение массы серы, используемое при построении градуировочной зависимости по 9.5, переносят в реакционную круглодонную колбу 1 (см. рисунок А1) с определенным количеством активированного никеля ( $m_{н2}$ ), подготовленным по 9.3.

Для каждой пробы проводят два параллельных определения.

В поглотительный сосуд вносят 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислого кадмия массовой концентрации 8,6 г/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 9.2.11, и 10 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия массовой концентрации 2,7 г/дм<sup>3</sup>, приготовленного по 9.2.9, встряхивают аллонж и присоединяют его к насадке.

Реакционную круглодонную колбу присоединяют к насадке, используя шлиф, и через капельную воронку пропускают в колбу азот со скоростью 20 - 30 пузырьков в минуту.

Содержимое реакционной колбы нагревают, периодически помешивая, в токе азота на водяной бане температурой 75 - 80 °С в течение 35 - 40 мин для десульфирования масла.

Через 35 - 40 мин перекрывают кран капельной воронки и отсоединяют трубку, подающую азот. В капельную воронку вносят 10 см<sup>3</sup> водного раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, приготовленного по 9.2.10, присоединяют трубку, подающую азот, открывают кран капельной воронки и под давлением азота вливают раствор кислоты в реакционную колбу.

Введение кислоты и последующие операции проводят так же, как описано в 10.1 при определении массы серы в активированном никеле.

По градуировочной зависимости, используя измеренное значение оптической плотности, находят массу серы  $A_m$ , мкг, которая соответствует суммарному значению массы серы в пробе масла и в активированном никеле, используемом для определения.

В случае, если измеренное значение оптической плотности превышает максимальное значение градуировочной зависимости, навеску пробы масла корректируют и повторяют испытания.

Используя полученное значение ( $A_m$ ), рассчитывают массовую долю серы в пробе масла в соответствии с 11.2.

## 11 Обработка результатов

### 11.1 Определение массовой доли серы в активированном никеле

Используя данные, полученные в ходе измерений по 10.1, рассчитывают массовую долю серы в активированном никеле  $X_{н1}$ , млн<sup>-1</sup> по формуле

$$X_{н1} = \frac{A_{н1}}{m_{н1}} \quad (5)$$

где  $A_{н1}$  – масса серы в активированном никеле, найденная по градуировочной зависимости, мкг;  
 $m_{н1}$  – масса анализируемого активированного никеля, г.

Используя данные, полученные в ходе измерений по 10.2, рассчитывают массу серы в активированном никеле, используемом для определения массы серы в масле,  $X_{н2}$ , мкг по формуле

$$X_{н2} = X_{н1} \cdot m_{н2} \quad (6)$$

где  $X_{н1}$  – массовая доля серы в активированном никеле, млн<sup>-1</sup>;  
 $m_{н2}$  – масса активированного никеля, используемая для измерения по 10.2, г.

### 11.2 Определение массовой доли серы в пробе масла

Используя данные, полученные в ходе измерений по 10.2, рассчитывают массовую долю серы в пробе масла  $X_m$ , млн<sup>-1</sup> по формуле

$$X_m = \frac{A_m - X_{н2}}{m_m} \quad (7)$$

где  $A_m$  – масса серы, определенная по 10.2, мкг;  
 $X_{н2}$  – масса серы в активированном никеле, рассчитанная по формуле (6), мкг;  
 $m_m$  – масса навески пробы масла, г.

Результаты параллельных определений вычисляют до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа.

За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

## 12 Метрологические характеристики метода

Настоящий метод обеспечивает измерение массовой доли серы в масле в указанном ниже диапазоне с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Метрологические характеристики

Диапазон измерений, млн <sup>-1</sup> (мг/кг)	Значение относительной погрешности измерений, % (P = 0,95)	Допустимое относительное расхождение между результатами двух параллельных определений, % (P = 0,95; n = 2)
От 1 до 10 включ.	11	16
Св. 10 » 20 »	9,5	13
» 20 » 75 »	5,5	7

## Приложение А

(справочное)

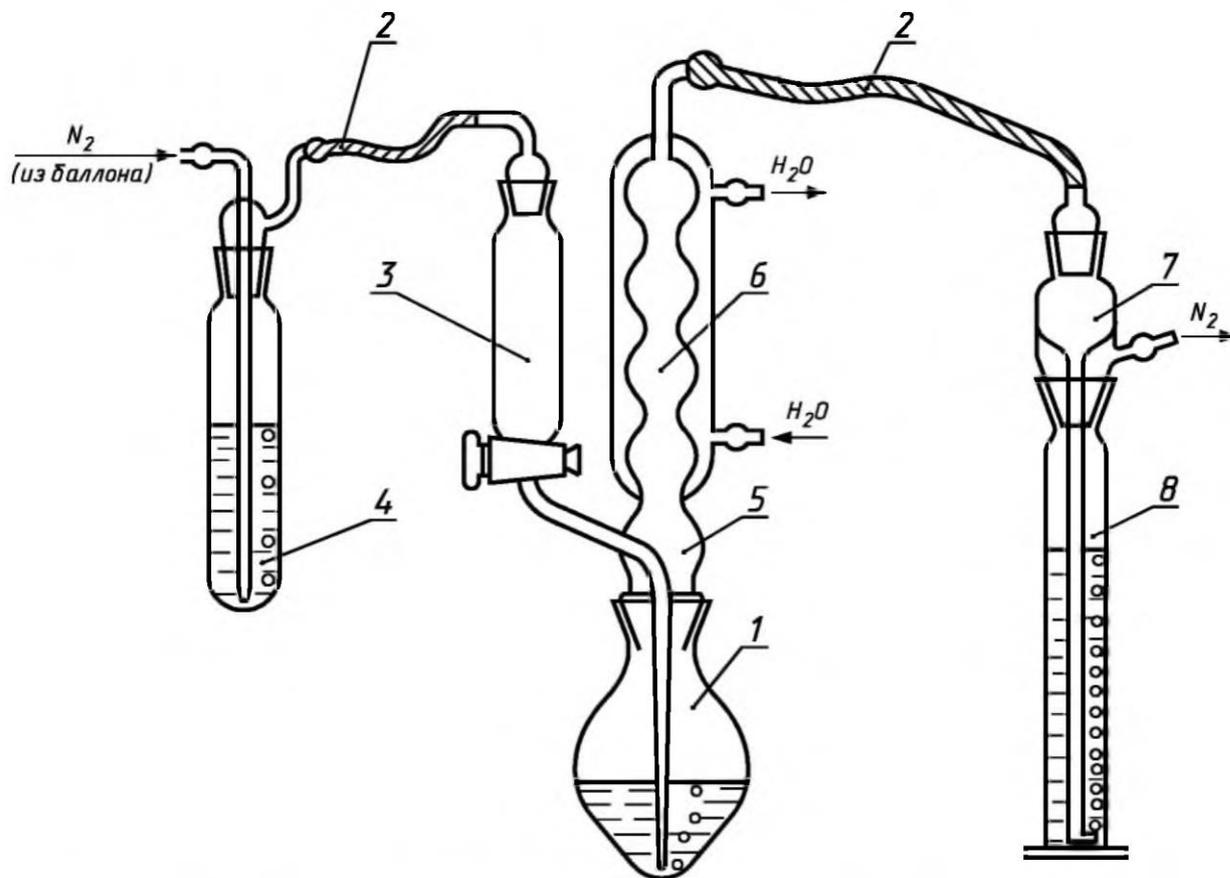
## Установка для испытаний

Для определения массовой доли серы используют установку для испытаний, представленную на рисунке А.1, состоящую из реакционной круглодонной колбы 1, вместимостью 100 см<sup>3</sup>, соединенной с помощью шлифов (рисунок А.6) с насадкой 5, снабженной обратным шариковым холодильником 6 и впаянной в насадку капельной воронкой 3 вместимостью 20-25 см<sup>3</sup>.

Капельная воронка служит для ввода в реакционную круглодонную колбу (рисунок А4), как кислоты, так и инертного газа. Для этого отвод воронки опущен до дна реакционной колбы.

Выход шарикового холодильника соединяют гибким шлангом 2 с аллонжем 7, вставленным в поглотительный сосуд 8, представляющий собой мерный цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Трубка аллонжа (рисунок А3), служащая для выведения газа из реакционной колбы в поглотительный сосуд, должна быть опущена до самого дна поглотительного сосуда. Диаметр выходного отверстия газоотводной трубки 0,1 - 0,2 мм.



- 1 – Реакционная круглодонная колба;
- 2 – Гибкий шланг;
- 3 – Капельная воронка;
- 4 – Слянка для очистки азота;
- 5 – Насадка;
- 6 – Обратный шариковый холодильник;
- 7 – Аллонж;
- 8 – Поглотительный сосуд.

Рисунок А.1 – Установка для испытаний

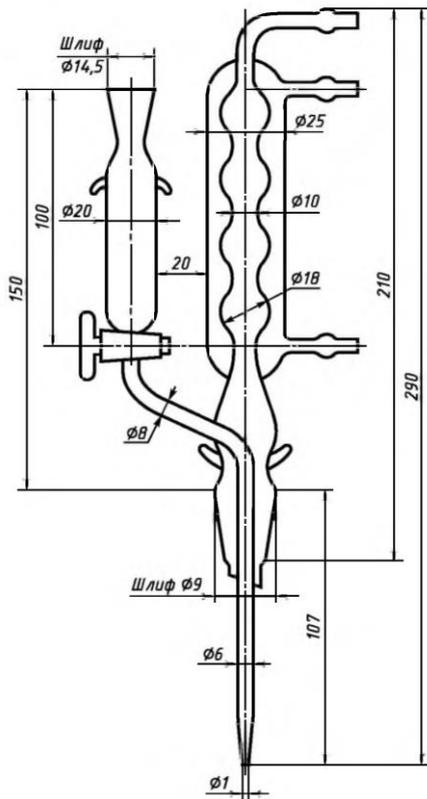


Рисунок А.2 – Насадка с обратным холодильником и капельной воронкой

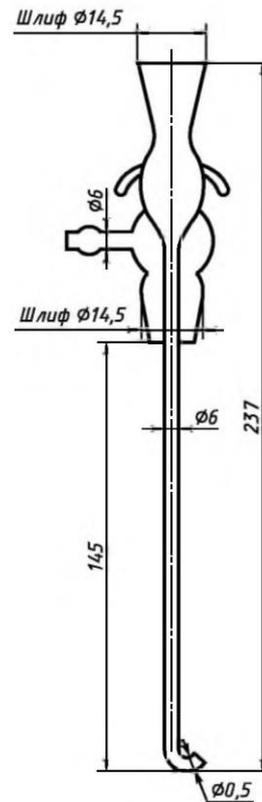


Рисунок А.3 – Аллонж с газоотводной трубкой

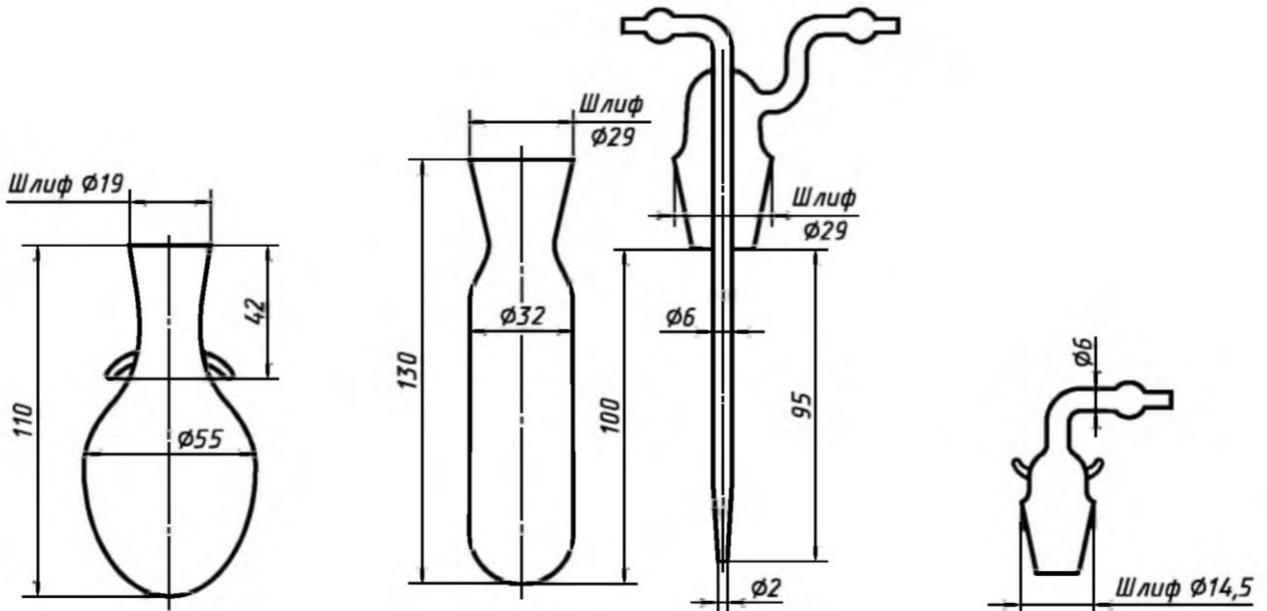


Рисунок А.4 – Реакционная круглодонная колба

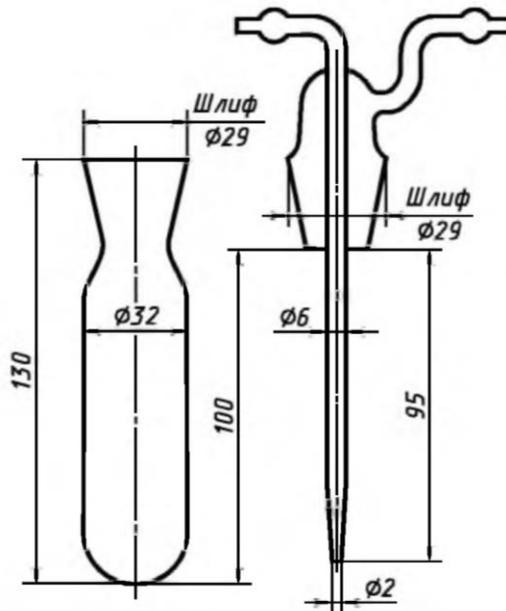


Рисунок А.5 – Барботер

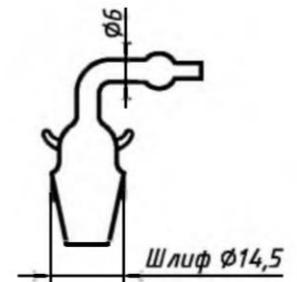


Рисунок А.6 – Шлиф с отводной трубкой

**ГОСТ**

*(проект, ВУ, окончательная редакция)*

---

УДК

МКС 19.020; 67.200.10

IDT

Ключевые слова: рапсовое масло, метод определения, массовая доля, сера

---

Научно-производственное республиканское унитарное предприятие  
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

Заместитель директора БелГИСС  
по техническому нормированию,  
стандартизации и методологии оценки  
соответствия

\_\_\_\_\_

О.Ф.Ильянкова

Начальник отдела  
технического нормирования  
и стандартизации пищевой  
и сельскохозяйственной продукции

\_\_\_\_\_

Л.М.Скорина

Начальник сектора  
отдела технического нормирования  
и стандартизации пищевой  
и сельскохозяйственной продукции

\_\_\_\_\_

И.А.Смотров

Ведущий инженер  
отдела технического нормирования  
и стандартизации пищевой  
и сельскохозяйственной продукции

\_\_\_\_\_

Н.Н.Шиманович