МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 685—
2021**

АНАЛИЗ МЫЛА

Определение общего содержания щелочи и жирных кислот

(ISO 685:2020, IDT)

Издание официальное

**Москва
Российский институт стандартизации
2023**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским государственным предприятием на праве хозяйственного ведения «Казахстанский институт стандартизации и метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан на основе собственного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 9 декабря 2021 г. № 60-2021)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 сентября 2023 г. № 1019-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 685—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2024 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 685:2020 «Анализ мыла. Определение общего содержания щелочи и жирных веществ» («Analysis of soaps — Determination of total alkali content and total fatty matter content», IDT).

Международный стандарт ISO 685:2020 разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 91 «Вещества поверхностно-активные» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 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»

© ISO, 2020
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023



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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Оборудование и средства измерения 2
7 Отбор проб 2
8 Методика проведения испытаний 2
9 Обработка результатов 4
10 Протокол испытаний 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 6

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

АНАЛИЗ МЫЛА

Определение общего содержания щелочи и жирных кислот

Analysis of soaps.
Determination of total alkali content and total fatty matter content

Дата введения — 2024—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод совместного определения общего содержания щелочи и жирных веществ в мыле (включая жидкое мыло), за исключением составных продуктов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 3819, Laboratory glassware — Beakers (Посуда лабораторная стеклянная. Стаканы).

ISO 8212, Soaps and detergents — Techniques of sampling during manufacture (Мыло и поверхностно-активные вещества. Методы отбора проб в процессе производства).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ISO: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru ;
- Электропедия IEC: доступна по адресу gost.e-ecolog.ru .

3.1 **общее содержание щелочи** (total alkali): Сумма щелочных оснований, объединенных в виде мыла с жирными и смоляными кислотами, а также с основаниями, которые соответствуют гидроксидам и карбонатам щелочных металлов, и другим присутствующим силикатам, подлежащих титрованию в испытательной среде.

Примечание — Результаты выражаются как процентное соотношение по массе либо гидроксида натрия (NaOH), либо гидроксида калия (KOH), в зависимости от состава мыла.

3.2 **общее содержание жирных веществ** (total fatty matter): Водонерастворимые жирные вещества, получаемые путем разложения мыла неорганической (минеральной) кислотой при определенных условиях.

Примечание — Настоящий термин включает в себя общее содержание жирных кислот, неомыляемые вещества, глицериды и любые смоляные кислоты, содержащиеся в мыле.

Издание официальное

4 Сущность метода

Разложение испытуемой пробы мыла проводят путем титрования определенным объемом стандартного раствора неорганической кислоты. Высвобожденные жирные вещества извлекают и отделяют петролейным (низкокипящим) эфиром и определяют общее содержание щелочи путем титрования излишков кислоты, содержащихся в водной фазе, титрованием стандартным раствором гидроксида натрия. После испарения петролейного (низкокипящего) эфира из экстракта, разлагают остатки в этаноле и нейтрализуют жирные кислоты титрованием стандартным раствором гидроксида калия. Общее содержание жирных веществ определяют, взвешивая полученное мыло после испарения этанола.

5 Реактивы

Для проведения анализа используют реактивы известной аналитической чистоты и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1 **Ацетон**, раствор с массовой долей 99,5 %.

5.2 **Петролейный (низкокипящий) эфир**, температура кипения от 30 °С до 60 °С.

5.3 **Этанол,** раствор с объемной долей 95 %, нейтрализованный по фенолфталеину (см. 5.8).

5.4 **Кислота серная или соляная**, титрованный раствор с молярной концентрацией $c(H_2SO_4)$ = 0,5 моль/дм^3 и c(HCl) = 0,5 моль/дм^3.

5.5 **Натрия гидроокись**, раствор с молярной концентрацией c(NaOH) = 1 моль/дм^3, стандартизованного, используя в качестве индикатора раствор метилового оранжевого (см. 5.7).

5.6 **Калия гидроокись**, раствор в этаноле с молярной концентрацией c(KOH) = 1 моль/ дм^3.

5.7 **Метилового оранжевого** водный раствор с массовой концентрацией 2 г/дм^3.

5.8 **Фенолфталеин**, раствор в этаноле с массовой концентрацией 10 г/дм^3 (см. 5.3).

6 Оборудование и средства измерения

Используют следующее.

6.1 **Мензурка** вместимостью 250 см^3, низкой и широкой формы в соответствии с ISO 3819.

6.2 **Делительные воронки** вместимостью 500 см^3.

6.3 **Цилиндр** для извлечения вместимостью 250 см^3, диаметром 39 мм и высотой 355 мм с притертой стеклянной пробкой.

6.4 **Водяная баня**.

6.5 **Сушильный шкаф**, поддерживающий температуру (103 ± 2) °С.

6.6 **Мелкая терка** или аналогичное измельчающее устройство.

6.7 **Коническая колба** вместимостью 250 см^3.

7 Отбор проб

Лабораторные пробы мыла подготавливаются и хранятся в соответствии с требованиями ISO 8212. Мыло натирают на мелкой терке (см. 6.6). Для обеспечения полной воспроизводимости должна быть натерта минимум половина пробы. Во избежание потери влаги пробу тертого мыла следует хранить в герметичном контейнере.

8 Методика проведения испытаний

8.1 Общие положения

Выполняют два метода определения на одной и той же пробе.

8.2 Анализируемая проба

5 г лабораторной пробы взвешивают с точностью до 0,001 г и помещают в мензурку (см. 6.1).

8.3 Сущность метода

8.3.1 Общее положение

Анализируемую пробу (см. 8.2) растворяют в 100 $см^3$ горячей воды.

Раствор наливают в первую делительную воронку (см. 6.2) или в экстракционный цилиндр (см. 6.3) и промывают мензурку небольшим количеством воды, сливая воду после промывания в ту же делительную воронку или экстракционный цилиндр.

Добавляют несколько капель раствора метилового оранжевого (см. 5.7). Затем, энергично встряхивая воронку или цилиндр, приливают из бюретки аликвоту раствора серной или соляной кислоты (см. 5.4) объемом 10 $см^3$. Содержимое воронки или цилиндра охлаждают до 25 °С и добавляют 100 $см^3$ петролейного (низкокипящего) эфира (см. 5.2). Затем воронку или цилиндр закрывают пробкой и, придерживая пробку и кран, осторожно встряхивают. Сбрасывают избыточное давление либо приоткрыв пробку, либо открыв кран в перевернутой воронке. Эту операцию повторяют до тех пор, пока не перестанет образовываться избыточное давление и пока водная фаза не будет четко отделена от органической фазы (если двухфазный слой неочевиден, эмульгирование может быть нарушено добавлением этанола, который не превышает объем водной фазы) и оставляют содержимое воронки отстояться.

а) в случае использования делительной воронки:

Нижний кислый водный слой сливают во вторую делительную воронку (см. 6.2) и экстрагируют с помощью 50 $см^3$ петролейного (низкокипящего) эфира (см. 5.2). Следует повторить процесс, собирая водный слой в коническую колбу и соединить все три выдержки петролейного (низкокипящего) эфира в первой делительной воронке.

б) в случае использования цилиндра:

С помощью сифона полностью переливают слой петролейного (низкокипящего) эфира в делительную воронку (см. 6.2).

Экстрагирование повторяют дважды с помощью 50 $см^3$ петролейного (низкокипящего) эфира (см. 5.2), соединяют три вытяжки петролейного (низкокипящего) эфира в делительной воронке, переливают водный слой в коническую колбу (по возможности целиком), затем промывают цилиндр небольшим количеством воды и добавляют промывную воду в коническую колбу.

Экстракт петролейного (низкокипящего) эфира промывают водой (25 $см^3$), периодически взбалтывая раствор, до тех пор, пока вода после промывания не станет нейтральной по отношению к раствору метилового оранжевого (см. 5.7). Как правило, трех промываний достаточно.

Оставляют экстракт с водой отстояться минимум 5 мин, или сколько необходимо, для образования четкой разграничивающей линии между слоями, прежде чем приступают к сливанию водного слоя.

После того, как окончательная промывка завершена, необходимо резко, но не переворачивая воронку верх дном, привести содержимое воронки в вихревое движение, это следует выполнить для того, чтобы удалить прилипшие к стенкам воронки капли воды.

Следует дать содержимому воронки отстояться в течение 5 мин, затем приступить к сливанию водного слоя.

Промывные воды собирают в коническую колбу, в которой уже содержится водный слой.

8.3.2 Определение общего содержания щелочи

Смешивают водный раствор кислот с промывочной водой и титруют полученный раствор раствором гидроксида натрия (см. 5.5), используя раствор метилового оранжевого (см. 5.7) в качестве индикатора. Если цвет мыла влияет на конечную точку титрования метилового оранжевого, при титровании используют pH-метр (значение pH устанавливается в течение 10 с).

8.3.3 Определение общего содержания жирных веществ

Эфирные вытяжки фильтруют через сухой бумажный фильтр во взвешенную дистилляционную плоскодонную колбу вместимостью 250 $см^3$. Делительную воронку и фильтр промывают несколько раз до полного удаления жиров небольшими порциями петролейного эфира, следя за тем, чтобы при фильтровании петролейный (низкокипящий) эфир не испарился. Промывные растворы добавляют в дистилляционную колбу.

Принимая все меры предосторожности, отгоняют при помощи водяной бани (см. 6.4) практически весь петролейный (низкокипящий) эфир под медленным потоком холодного сухого азота или воздуха.

Растворяют осадок в 20 $см^3$ этанола (см. 5.3) и добавляют несколько капель раствора фенолфталеина (см. 5.8). Титруют спиртовым раствором гидроксида калия (см. 5.6) до появления розовой окраски по фенолфталеину. Фиксируют объем титранта, пошедшего на титрование.

Отгоняют этиловый спирт на водяной бане (см. 6.4), в конце выпаривания постепенно вращая колбу для распределения калиевого мыла тонким слоем по дну колбы.

Полученное калиевое мыло предварительно сушат ацетоном (см. 5.1), отгоняя ацетон на водяной бане под медленным потоком холодного сухого азота или воздуха. Затем колбу с мылом помещают в сушильный шкаф (см. 6.5) и высушивают при температуре (103 ± 2) °С до постоянной массы, т. е. до тех пор, пока разница в массе после нагревания в течение дополнительных 15 мин не превысит 3 мг. Затем пробу охлаждают в сушильном шкафу и взвешивают.

9 Обработка результатов

9.1 Общее содержание щелочи

9.1.1 Метод вычисления и формулы

Общее содержание щелочи, выражаемое в процентном отношении к массовой доле гидроксида натрия (NaOH) для натриевых мыл, w_{NaOH}, вычисляют по формуле (1), к массовой доле гидроксида калия (KOH) для калиевых мыл, w_{KOH}, используя формулу (2):

$$w_{NaOH} = 0{,}040 \cdot (V_0 T_0 - V_1 T_1) \cdot \frac{100}{m}; \quad (1)$$

$$w_{KOH} = 0{,}056 \cdot (V_0 T_0 - V_1 T_1) \cdot \frac{100}{m}, \quad (2)$$

где m — масса пробы, г (см. 8.2);

V_0 — объем использованного стандартного титрованного раствора кислоты (см. 5.4), см^3;

V_1 — объем использованного стандартного титрованного раствора гидроксида натрия (см. 5.5), см^3;

T_0 — точная концентрация стандартного титрованного раствора используемой кислоты (см. 5.4);

T_1 — точная концентрация стандартного титрованного раствора гидроксида натрия (см. 5.5).

Общее содержание щелочи, X, может также выражаться в миллиэквивалентах на грамм и рассчитываться по формуле (3):

$$X = \frac{V_0 T_0 - V_1 T_1}{m}. \quad (3)$$

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений.

9.1.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, не должно отличаться более чем на 0,2 % от величины общего содержания щелочи, как процентного отношения к найденной массе, выраженное для гидроксида натрия либо для гидроксида калия.

9.2 Общее содержание жирных веществ

9.2.1 Метод вычисления и формулы

Общее содержание жирных веществ, w, выражаемое в процентном отношении к массе, вычисляется по формуле (4):

$$w = [m_1 - (V \cdot T \cdot 0{,}038)] \cdot \frac{100}{m_0}, \quad (4)$$

где m_0 — масса пробы, г (см. 8.2);

m_1 — масса остатка в колбе после высушивания, г;

V — объем использованного стандартного титрованного раствора гидроксида калия (см. 5.6), использованного для нейтрализации, см^3;

T — точная концентрация стандартного титрованного раствора гидроксида калия (см. 5.6), моль/дм^3.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, округляя результат с точностью до 0,1 %.

9.2.2 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, не должно отличаться более чем на 0,2 % от величины общего содержания жирных веществ как процентного отношения к найденной массе.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) ссылку на использованный метод (ссылку на настоящий стандарт, включая год его публикации);

c) результаты и использованный метод выражения результатов;

d) условия испытаний;

e) все операционные подробности, не указанные в настоящем документе, на которые делается ссылка, или которые рассматриваются как необязательные, а также все условия, которые могли повлиять на результаты.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 3819	—	*
ISO 8212	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

УДК 661.187:543.241.2 МКС 71.100.40 IDT

Ключевые слова: анализ мыла, общее содержание щелочи, общее содержание жирных веществ

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 02.10.2023. Подписано в печать 16.10.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru