ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САБЫНДЫ ТАЛДАУ
Сілтілердің жалпы болуын және майлы заттардың жалпы болуын анықтау

АНАЛИЗ МЫЛА
Определение общего содержания щелочей и общего содержания жировых веществ

ҚР СТ ИСО 685 – 2007

(ISO 685:1975 Analysis of soaps. Determination of total alkali content and total fatty matter content, IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасының Индустрия және сауда министрлігінің техникалық реттеу және метрология жөніндегі комитеті

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САБЫНДЫ ТАЛДАУ
Сілтілердің жалпы болуын және майлы заттардың жалпы болуын анықтау

ҚР СТ ИСО 685 – 2007

(ISO 685:1975 Analysis of soaps. Determination of total alkali content and total fatty matter content, IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2007 жылғы «3» шілдедегі № 374 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт мәтінде қосымша талаптар көлбеу қаріппен белгіленіп ИСО 685-1975 «Сабынды талдау. Сілтілердің жалпы болуын және майлы заттардың жалпы болуын анықтау» (Analysis of soaps. Determination of total alkali content and total fatty matter content), IDT балама мәтіні болып табылады.

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУДІҢ МЕРЗІМІ **2012 жыл**
ТЕКСЕРУДІҢ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология жөніндегі комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде Қазақстан Республикасы аумағында толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

1	Қолданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Терминдер мен анықтамалар	1
4	Әдіс негізі	2
5	Реактивтер	2
6	Құралдар мен жабдықтар	3
7	Сынамаларды іріктеу	3
8	Сынақ жүргізу әдістемесі	3
9	Нәтижелерді өңдеу	5
	9.1 Сілтілердің жалпы болуы	5
	9.2 Майлы заттардың жалпы болуы	6
10	Сынақ хаттамасы	7

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

САБЫНДЫ ТАЛДАУ
Сілтілердің жалпы болуын және майлы заттардың жалпы болуын анықтау

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

Енгізілген күні 2008.07.01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт агрегирленген өнім құрамына кіретін өнімдерден басқа сабында жалпы сілтіліктің болуын және жалпы майлы заттардың болуын бірдей анықтау әдісін белгілейді.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ГОСТ 790-89 Қатты шаруашылық сабын мен иіс сабын. Қабылдау ережелері және өлшеулер орындау әдістемесі.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшемді шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 24104 – 2001 Зертханалық таразы. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 25336 – 82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Түрлері, негізгі параметрлері мен өлшемдері.

ГОСТ 29224 – 91 Зертханалық шыны ыдыс. Зертханалық сұйықтықтық шыны термометрлер. Орнату, құрастыру және қолдану қағидаттары.

ИСО 385:2005 Зертханалық шыны ыдыс. Өлшеуіктер.

ИСО 684-74 Сабынды талдау. Бос сілтілердің жалпы болуын анықтау.

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта сәйкес анықтамаларымен мынадай терминдер қолданылады:

Сілтілердің жалпы болуы: Сабында майлы және шайырлы қышқылдармен біріккен сілтілік негіздердің, сондай-ақ еркін сілтілі металлдардың гидрототықтары мен карбонаттарына және өзге де қатысатын силикаттарға сәйкесетін, сынақ ортада титрлеуге жататын негіздердің жиынтығы (сабын құрамына қарай не натрий гидрототығының (NaOH) не калий гидрототығының (KOH) салмағы бойынша пайыздық қатынасы ретінде көрінеді).

Майлы заттардың жалпы болуы: Нақты жағдайларда сабынды бейорганикалық (минералдық) қышқылмен іріту жолымен алынатын, суда ерімейтін майлы материалдар. Майлы қышқылдарға қоса осы термин көпірмейтін заттарды, глицеридтер мен сабында болатын кез келген шайырлы қышқылдарды қамтиды.

4 Әдіс негізі

Сабынды бейорганикалық қышқылдың стандартты титрленген ерітіндісінің белгілі көлемімен ыдыратады, босаған майлы заттарды петролейлік (қайнауы төмен) эфирмен алып, бөледі және сілтілердің жалпы болуын сулы фазада бар қышқыл артықтарын натрий гидрототығының стандартты титрленген ерітіндісімен титрлеу жолымен анықтайды. Сығындыдан петролейлік (қайнауы төмен) эфирді буландырғаннан кейін қалғанын этанолда ыдыратады және майлы қышқылдарды калий гидрототығының стандартты титрленген ерітіндісімен бейтараптайды. Этанолды буландырады және алынған сабынды өлшеп майлы қышқылдардың жалпы болуын анықтайды.

5 Реактивтер

Талдау кезінде таңылған аналитикалық сапалы реактивтер мен тек дистилденген суды немесе оған балама тазалықты суды ғана қолданады.

- ацетон;
- петролейлік (қайнауы төмен) эфир, қайнау температурасы 40-60С;
- этанол, 95%-лік ерітінді *(V/V)*, фенолфталеин ерітіндісіне дейін бейтараптандырылған (5.8);
- күкірт немесе тұз (хлорлы-сутектік) қышқыл, шамамен 1 N стандартты титрленген ерітінді;
- натрий гидрототығы, шамамен 1N стандартты титрленген ерітінді, индикатор ретінде метилоранж ерітіндісінің көмегімен стандартталған (5.7).
- калий гидрототығы, шамамен этанолда 1N стандартты титрленген ерітінді (5.3).

- метилоранж, ерітінді 2 г/л.
- фенолфталеин, этанолдағы ерітінді 10 г/л (5.3).

6 Құралдар мен жабдықтар

Зертханалық жабдық, сондай-ақ мыналарды пайдаланады:

6.1 ГОСТ 1770 сәйкес сиымдылығы 250 мл, төмен және кең нысанды өлшеуік;

6.2 бөлгіш құйғылар, сиымдылығы 500 мл;

6.3 бөліп алуға арналған цилиндр, сиымдылығы 250 мл, диаметрі 39 мм және биіктігі 355 мм, тығындалатын шыны тығынды;

6.4 су моншасы;

6.5 кептіру пеші, температура 103±2 С жағдайында ұсталуы керек.

6.6 ГОСТ 24104 бойынша ВЛР-200г типті немесе өзге дәлдік сыныбы 2, ең жоғарғы өлшеу шегі 200г жалпы арналған зертханалық таразы;

6.7 Кептірудің жұмысшы аймағында (120-150) ^{0}С температурасын құруға және ұстап тұруды қамтамасыз ететін кептіргіш электр шкаф;

6.8 ИСО 385 талаптарына сәйкес А класты, сиымдылығы 50 мл өлшеуір;

6.9 ГОСТ 25336 бойынша $К_н$-2-250-34 ТХС конус құты;

6.10 ГОСТ 29224 бойынша температураны өлшеу шегі(0 – 250) ^{0}С, бөлу бағамы 1^{0}С термометр.

7 Сынамаларды іріктеу

Сабынның зертханалық сынамалары *ГОСТ 790* сәйкес дайындалып сақталуы керек.

8 Сынақ жүргізу әдістемесі

Бірдей сынама бойынша екі анықтау жүргізеді.

8.1 Талданатын сынама

Шамамен 5 г зертханалық сынаманы 0,001 г дейінгі дәлдікпен өлшеуікке (6.1) өлшеп алады.

8.2 Анықтау

Талданатын сынаманы (8.1) шамамен 100 мл ыстық суда ерітеді.

Ерітіндіні бөлу құйғысының (6.2) біреуіне немесе цилиндрге (6.3) құяды және өлшеуікті азғантай сумен шайып, шайындыны бірден бөлу құйғысына немесе цилиндрге құяды.

Бірнеше тамшы метилоранжды (5.7) тамызады. Құйғыны немесе цилиндрді

жылдам сілкіп, құйғы немесе цилиндр ≈ 5 мл толғанға дейін өлшеуірден күкірт немесе тұз қышқылының (5.4) әбден өлшеніп алынған ерітіндісінің белгілі көлемін қосады. Құйғы немесе цилиндр ішіндегіні ≈ 25 ?С дейін салқындатады және 100 мл петролейлік (қайнауы төмен) эфирді (5.2) қосады. Тығынмен жабады және тығынды қолмен ұстап тұрып құйғы немесе цилиндрді ақырын төңкереді. Қысымды шығару үшін тығындағы ысырманы біртіндеп жылжытады, қайтадан жабады, ақырындап сілкиді және қайтадан қысымды шығарады. Аз уақыттан кейін су қабаты мөлдір болғанға дейін тағы сілкиді және құйғыны тұндыруға қояды.

Содан кейін

а) бұлу құйғысын пайдаланған жағдайда

Сулы қабатты екінші құйғы (6.2) арқылы сүзіп алады және 50 мл петролейлік (қайнауы төмен) эфир (5.2) көмегімен шайғындайды. Процесті қайталайды, су қабатын конус құтыға жинайды және петролейлік (қайнауы төмен) эфирдің барлық үш шайғындысын бірінші бөлу құйғысында қосады.

в) цилиндрді пайдаланған жағдайда

Сифон көмегімен петролейлік (қайнауы төмен) эфир қабатын бөлу құйғысына (6.2) мүмкіндігінше толығымен құйып алады. 50 мл петролейлік (қайнауы төмен) эфир (5.2) көмегімен шайғындауды екі рет қайталайды, бөлу құйғысындағы петролейлік (қайнауы төмен) эфирдің үш шайғындысын қосады, сулы қабатты конус құтыға (мүмкіндігінше толығымен) құйып алады, содан кейін цилиндрді аз ғана сумен шайып алады да осы суды да конус құтыға қосады.

Шайғаннан кейін су метилоранж (5.7) ерітіндісіне бейтарап болғанға дейін петролейлік (қайнауы төмен) эфир шайғынын (шамамен 25 мл) сумен шайқап тұрып шаяды. Әдетте үш рет шаю жеткілікті болады.

Е с к е р т п е: шайғынды су қабатын сүзіп алардан бұрын қабаттар арасында нақты жікті сызық көрінгенге дейін 5 минутқа немесе қажетінше тұндырып қояды.

Соңғы шайынды су төгілгеннен кейін, құйғы ішіндегіні төмен қарай төңкермей, жылдам айналдырып үйірткілейді. Бұл құйғы қабырғасына жабысып қалған су тамшыларын түсіру үшін қажет.

Бес минут бойы тұра тұруға қалдырады және бөлінген суды сүзіп алады.

Петролейлік (қайнауы төмен) эфир шайғынынан қалған шайынды суды ішінде су қабаты бар конус құтыға жинайды.

8.2.1 Сілтілердің жалпы болуын анықтау

Қышқылдардың сулы қабатын шайынды сумен араластырады. Осы қоспаны индикатор ретінде метилоранж ерітіндісін (5.5) пайдаланып натрий гидрототығының ерітіндісімен (5.5) титрлейді.

8.2.2 Майлы заттардың жалпы құрамын анықтау

Қажет жағдайда құрғақ сүзгіш қағаз арқылы сүзіп, жалпақ түпті алдын ала өлшенген құтыға шайылған петролейлік (қайнауы төмен) эфир ерітіндісін байқап құйып алады. Бөлу құйғысын петролейлік (қайнауы төмен) эфирдің аздаған бөлігімен екі-үш рет шайып алады және осы шайынды сұйықтықты сүзу кезінде петролейлік (қайнауы төмен) эфир буланып кетпегендей құтыға сүзіп алады. Шайынды сұйықтықты құтыға жинап сүзгішті петролейлік (қайнауы төмен) эфирмен шаяды.

Сақтықтың барлық шараларын сақтап барлық петролейлік (қайнауы төмен) эфирді сулы моншада (69.4) салқын құрғақ азот немесе ауаның баяу ағыны астында буландырады.

Тұнбаны 20 мл этанолда (5.2) ерітеді, бірнеше тамшы фенолфталейн ерітіндісін (5.8) қосады, тұрақты әлсіз қызғылт түске дейін калий гидрототығының (5.6) этанолдық ерітіндісімен титрлейді. Пайдаланылған көлемді жазып алады.

Этанолдық ерітіндіні сулы моншада (6.4) буландырады. Буландыру аяқтағанға жақындаған кезде калий сабынын жұқа қабатпен құйғының шеттері мен төменгі бөлігіне тарату үшін құтыны айналдырады.

Ацетон (5.1) қосып және ацетонды сулы моншада салқын құрғақ азот немесе ауаның баяу ағыны астында калий сабынын алдын ала кептіреді. Осыдан кейін температурасы 103±2 С үнемі жағдайында болатын кептіру пешінде (6.5) тұрақты салмаққа жеткенге дейін, яғни салмақтағы айырмашылық 15 минут қосымша қыздырғаннан кейін 3 мг аспайтын жағдайға дейін қыздырады. Кептіру шкафында салқындатады жєне өлшейді.

9 Нәтижелерді өңдеу

9.1 Сілтілердің жалпы болуы

9.1.1 Есептеу әдістері мен формулалар

Салмаққа пайыздық қатынаста көрінетін сілтілердің жалпы болуы мына формула бойынша есептеледі:

а) $$0.040 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \times \frac{100}{m} \qquad (1)$$

натрий сабыны үшін натрий гидрототығы (NaOH) ретінде көрінген, және

б) $$0.056 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \times \frac{100}{m} \qquad (2)$$

калий сабыны үшін калий гидрототығы (КОН) ретінде көрінген,

мұнда

m – жұмысшы бөлік салмағы, граммда;

V_0 – пайдаланылған стандартты титрленген қышқыл ерітінді көлемі, (5.4), миллилитрде;

V_1 – пайдаланылған стандартты титрленген натрий гидрототығы ерітіндісінің көлемі (5.5), миллилитрде;

T_0 – стандартты титрленген қышқыл ерітіндінің дәл нормалануы (5.4);

T_1 – натрий гидрототығының стандартты титрленген ерітіндісінің нақты нормалануы (5.5).

Сілтілердің жалпы болуы граммда миллибаламада көріне алады және мына формула бойынша есептеле алады:

$$\frac{V_0T_0 - V_1T_1}{m} \qquad (3)$$

Нәтиже ретінде қайта анықтаулардың орташа арифметикалық мәнін қолданады.

9.1.2 Қайталанғыштық

Екі түрлі зертханада бірдей сынамадан алынған нәтижелер арасындағы айырмашылық натрий гидрототығы немесе калий гидрототығы ретінде көрінген алынған салмаққа пайыздық қатынас ретінде сілтілердің жалпы болуының шамасынан 0,2 %-ға артық ерекшеленбеуі керек.

9.2 Майлы заттардың жалпы болуы

9.2.1 Есептеу әдістері мен формулалар

Салмаққа пайыздық қатынаста көрінетін майлы заттардың жалпы болуы мына формуламен есептеледі:

$$[m_1 - (V \times T \times 0.038)] \times \frac{100}{m_0} \qquad (4)$$

мұнда

m_0 – жұмысшы бөлік салмағы, граммда;

m_1 – кептірілген калий сабынының салмағы, граммда;

V – бейтараптау үшін пайдаланылған калий гидрототығының стандартты титрленген этанолдық ерітіндісінің (5.6) көлемі, миллилитрде;

T – калий гидрототығының пайдаланылған стандартты титрленген этанолдық ерітіндісінің дәл нормалануы (5.6).

Нәтиже ретінде нәтижесі 0,1% дейінгі дәлдікпен дөңгелектеп орташа арифметикалық қайталама анықтауларды қабылдайды.

9.2.2 Қайталанғыштық

Екі түрлі зертханада бірдей сынамадан алынған нәтижелер арасындағы айырмашылық алынған салмаққа пайыздық қатынас ретінде майлы заттардың

жалпы болуының шамасынан 0,2 %-ға артық ерекшеленбеуі керек.

10 Сынақ хаттамасы

Сынақ хаттамасында мынадай деректер көрсетілуі керек:

a) пайдаланылған әдіске арналған сілтемелер;

b) нәтижелер және нәтижелерді көрсету күшін пайдаланылған әдіс;

c) анықтау кезінде байқалған барлық ерекшеліктер;

d) осы стандартпен қарастырылмайтын немесе міндетті емес ретінде қарастырылатын барлық операциялар.

ӘОС 661.187:543.241.2 **МСЖ 71.100.40**

Түйінді сөздер: беткі-белсенді заттар, сабын, химиялық талдау, болуын анықтау, сілті, көлемдік талдау



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

АНАЛИЗ МЫЛА
Определение общего содержания щелочей и общего содержания жировых веществ

СТ РК ИСО 685 – 2007

(ISO 685:1975 Analysis of soaps. Determination of total alkali content and total fatty matter content, IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от «3» июля 2007 г. № 374

3 Настоящий стандарт представляет собой идентичный текст ИСО 685-1975 «Анализ мыла. Определение общего содержания щелочей и общего содержания жировых веществ» (Analysis of soaps. Determination of total alkali content and total fatty matter content), IDT с дополнительными требованиями, которые выделены в тексте курсивом.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2012 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	1
4	Сущность метода	2
5	Реактивы	2
6	Приборы и оборудование	2
7	Отбор проб	3
8	Методика проведения испытаний	3
9	Обработка результатов	5
	9.1 Общее содержание щелочей	5
	9.2 Общее содержание жировых веществ	6
10	Протокол испытаний	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

АНАЛИЗ МЫЛА
Определение общего содержания щелочей и общего содержания жировых веществ

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

Дата введения 2008.07.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод одновременного определения содержания общей щёлочности и содержание общего жирового вещества мыла, за исключением продуктов, входящих в состав агрегированной продукции.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 790-89 Мыло хозяйственное твердое и мыло туалетное. Правила приемки и методики выполнения измерений.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 24104 – 2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 29224 – 91 Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения.

ИСО 385:2005 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки.

ИСО 684-74 Анализ мыла. Определение общего содержания свободных щелочей.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

Общее содержание щёлочей: Сумма щелочных оснований, объединенных в мыло с жирными и смоляными кислотами, а также оснований, соответствующих гидроксидам и карбонатам свободных щелочных металлов и другим присутствующим силикатам, подлежащая титрованию в испытательной среде (выражается как процентное соотношение по массе либо гидроксида натрия (NaOH) либо гидроксида калия (KOH), в зависимости от состава мыла).

Издание официальное

Общее содержание жировых веществ: Водонерастворимые жирные материалы, получаемые путем разложения мыла неорганической (минеральной) кислотой при определенных условиях. Вдобавок к жирным кислотам настоящий термин включает в себя неомыляемые вещества, глицериды и любые смоляные кислоты, содержащиеся в мыле.

4 Сущность метода

Разлагают мыло известным объемом стандартного титрованного раствора неорганической кислоты, извлекают и отделяют высвобожденные жировые вещества петролейным (низкокипящим) эфиром и определяют общее содержание щелочей путем титрования излишков кислоты, содержащихся в водяной фазе, стандартным титрованным раствором гидроокиси натрия. После испарения петролейного (низкокипящего) эфира из экстракта, разлагают остатки в этаноле и нейтрализуют жирные кислоты стандартным титрованным раствором гидроксида калия. Испаряют этанол и, взвесив полученное мыло, определяют общее содержание жировых веществ.

5 Реактивы

Во время анализов применяют реактивы исключительно признанного аналитического качества и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты,

- ацетон;
- петролейный (низкокипящий) эфир, температура кипения 40-60 °С;
- этанол, 95 %-ный раствор *(V/V)*, нейтрализованный до раствора фенолфталеина (5.8);
- серная или соляная (хлористо-водородная) кислота, около 1 N стандартного титрованного раствора;
- гидроокись натрия, около 1 N стандартного титрованного раствора, стандартизованного с помощью раствора метилоранжа (5.7), как индикатора.
- гидроксид калия, около 1 N стандартного титрованного раствора в этаноле (5.3).
- метилоранж, раствор 2 г/л.
- фенолфталеин, раствор в этаноле 10 г/л (5.3).

6 Приборы и оборудование

Используют лабораторное оборудование, а также следующее:

6.1 мензурка, емкостью 250 мл, низкой и широкой формы, в соответствии с *ГОСТ 1770*;

6.2 делительные воронки, емкостью 500 мл;

6.3 цилиндр для извлечения, емкостью 250 мл, диаметром 39 мм и высотой 355 мм, с притёртой стеклянной пробкой;

6.4 водяная баня;

6.5 сушильная печь, температура должна поддерживаться при 103±2 °С.

6.6 Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г или другие 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

6.7 Шкаф сушильный электрический, обеспечивающий создание и поддержание температуры в рабочей зоне высушивания (120-150) ^{0}С;

6.8 Бюретка, емкость 50 мл, согласно требованиям ИСО 385 Класс А;

6.9 Колбы конические $К_н$-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336;

6.10 Термометр с пределами измерения температуры (0 – 250) ^{0}С с ценой деления 1^{0}С по ГОСТ 29224.

7 Отбор проб

Лабораторные пробы мыла должны подготавливаться и храниться в соответствии *ГОСТ 790*.

8 Методика проведения испытаний

Проводят два определения на одной и той же пробе.

8.1 Анализируемая проба

Взвешивают, с точностью до 0,001 г, около 5 г лабораторной пробы в мензурку (6.1).

8.2 Определение

Растворяют анализируемую пробу (8.1) в примерно 100 мл горячей воде.

Наливают раствор в одну из делительных воронок (6.2) или в цилиндр (6.3) и промывают мензурку небольшим количеством воды, выливая воду после промывания в ту же делительную воронку или цилиндр.

Капают несколько капель раствора метилоранжа (5.7). Энергично встряхивая воронку или цилиндр, добавляют тщательно вымеренный известный объем раствора серной или соляной кислоты (5.4) из бюретки, пока воронка или цилиндр не переполнится на ≈ 5 мл. Охлаждают содержимое воронки или цилиндра до ≈ 25 °С и добавляют 100 мл петролейного (низкокипящего) эфира (5.2). Закрывают пробкой и осторожно опрокидывают воронку или цилиндр, удерживая пробку рукой. Постепенно отодвигают задвижку на пробке, чтобы выпустить давление, вновь закрывают ее, слегка встряхивают и повторно выпускают давление. Опять встряхивают некоторое время, пока водный слой не станет прозрачным, и оставляют воронку отстояться.

Затем

а) в случае использования делительной воронки

Сцеживают водный слой во вторую воронку (6.2) и экстрагируют с помощью 50 мл петролейного (низкокипящего) эфира (5.2). Повторяют процесс, собирают водный слой в коническую колбу и соединяют все три экстракта петролейного (низкокипящего) эфира в первой делительной воронке.

в) в случае использования цилиндра

С помощью сифона переливают слой петролейного (низкокипящего) эфира в делительную воронку (6.2), насколько возможно полностью. Дважды повторяют экстрагирование с помощью 50 мл петролейного (низкокипящего) эфира (5.2), соединяют три экстракта петролейного (низкокипящего) эфира в делительной воронке, переливают водный слой в коническую колбу (по возможности целиком), затем промывают цилиндр небольшим количеством воды и добавляют эту воду в коническую колбу.

Промывают, взбалтывая, экстракт петролейного (низкокипящего) эфира водой (около 25 мл), пока вода после промывания не станет нейтральной к раствору метилоранжа (5.7). Обычно достаточно три промывки.

Примечание: оставляют экстракт с водой постоять хотя бы 5 минут, или сколько необходимо, для того, чтобы обозначилась четкая демаркационная линия между слоями, прежде чем сцеживать водный слой.

После того, как последняя промывочная вода была слита, содержимое воронки приводят в вихревое движение, резко вращая ее, но не переворачивая вверх дном. Это необходимо для того, чтобы отстали прилипшие к стенкам воронки капли воды.

Оставляют постоять в течение пяти минут и сцеживают отделившуюся воду.

Собирают промывочную воду от экстракта петролейного (низкокипящего) эфира в коническую колбу, в которой уже содержится водный слой.

8.2.1 Определение общего содержания щелочей

Перемешивают водный слой кислот с промывочной водой. Титруют эту смесь раствором гидроксида натрия (5.5), используя раствор метилоранжа (5.5) в качестве индикатора.

8.2.2 Определение общего содержания жировых веществ

Аккуратно переливают раствор промытого петролейного (низкокипящего) эфира в предварительно взвешенную колбу с плоским дном, при необходимости фильтруя через сухую фильтровальную бумагу. Два-три раза промывают делительную воронку небольшим количеством петролейного (низкокипящего) эфира и отфильтровывают эту промывочную жидкость в колбу, следя за тем, чтобы при фильтровании петролейный (низкокипящий) эфир не испарился. Основательно промывают фильтр петролейным (низкокипящим) эфиром, собирая промывочную жидкость в колбу.

Принимая все меры предосторожности, выпаривают практически весь петролейный (низкокипящий) эфир на водяной бане (6.4) под медленным потоком холодного сухого азота или воздуха.

Осадок растворяют в 20 мл этанола (5.2), добавляют несколько капель раствора фенолфталеина (5.8), титруют этаноловым раствором гидроксида калия (5.6) до постоянного слабого розового цвета. Записывают использованный объем.

Выпаривают этаноловый раствор на водяной бане (6.4). Когда выпари-

вание подходит к завершению, вращают колбу, чтобы распределить калиевое мыло тонким слоем по краям и нижней части воронки.

Производят предварительную сушку калиевого мыла, добавив ацетон (5.1) и выпаривая ацетон на водяной бане под медленным потоком холодного сухого азота или воздуха. После этого нагревают в сушильной печи (6.5), температура в котором поддерживается постоянно при 103±2 °С, до достижения постоянной массы, т.е. пока разница в массе после нагревания в течение дополнительных 15 минут не превысит и 3мг. Охлаждают в сушильном шкафу и взвешивают.

9 Обработка результатов

9.1 Общее содержание щелочей

9.1.1 Метод вычисления и формулы

Общее содержание щелочей, выражаемое в процентном отношении к массе, вычисляется по формуле:

а) $0.040 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \times \frac{100}{m}$ (1)

выраженное как гидроксид натрия (NaOH) для натриевого мыла, и

б) $0.056 \times (V_0 T_0 - V_1 T_1) \times \frac{100}{m}$ (2)

выраженное как гидроксид калия (КОН) для калиевого мыла,

где

m – масса рабочей части, в граммах;

V_0 – объем использованного стандартного титрованного кислого раствора (5.4), в миллилитрах;

V_1 – объем использованного стандартного титрованного раствора гидроксида натрия (5.5), в миллилитрах;

T_0 – точная нормировка стандартного титрованного кислого раствора (5.4);

T_1 – точная нормировка стандартного титрованного раствора гидроксида натрия (5.5).

Общее содержание щелочей может также выражаться в миллиэквивалентах на грамм и рассчитываться по формуле:

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

В качестве результата применяют среднее арифметическое значение повторных определений.

9.1.2 Воспроизводимость

Разница между результатами, полученными на одной и той же пробе в двух разных лабораториях, не должна отличаться больше чем на 0,2 % от величины общего содержания щелочей как процентного отношения к найденной массе, выраженное как гидроксид натрия либо как гидроксид калия.

9.2 Общее содержание жировых веществ

9.2.1 Метод вычисления и формулы

Общее содержание жировых веществ, выражаемое в процентном отношении к массе, вычисляется по формуле:

$$[m_1 - (V \times T \times 0.038)] \times \frac{100}{m_0} \qquad (4)$$

где

m_0 – масса рабочей части, в граммах;

m_1 – масса просушеного калиевого мыла, в граммах;

V – объем стандартного титрованного этанолового раствора гидроксида калия (5.6), использованного для нейтрализации, в миллилитрах;

T – точная нормировка использованного стандартного титрованного этанолового раствора гидроксида калия (5.6).

В качестве результата применяют среднее арифметическое повторных определений, округляя результат с точностью до 0,1 %.

9.2.2 Воспроизводимость

Разница между результатами, полученными на одной и той же пробе в двух разных лабораториях, не должна отличаться больше чем на 0,2 % от величины общего содержания жирных веществ как процентного отношения к найденной массе.

10 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны указываться следующие данные:

a) ссылки на использованный метод;

b) результаты и использованный метод выражения результатов;

c) все необычные особенности, замеченные при определении;

d) все операции, не рассматриваемые настоящим международным стандартом, или рассматриваемые как необязательные.

УДК 661.187:543.241.2 **МКС 71.100.40**

Ключевые слова: поверхностно-активные вещества, мыло, химический анализ, определение содержания, щелочь, объемный анализ.

Для заметок

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Есіл өзенінің жағалауы, № 35 көше, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru