УДК 648.18.001.4

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СТАНДАРТ СЭВ

МЫЛА

Метод определения содержания жирных кислот

СТ СЭВ 4161—83

Взамен
РС 5608—76

Группа Р19

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в обработке пробы испытуемого мыла минеральной кислотой в присутствии метилового оранжевого в качестве индикатора, выделении жирных кислот при экстрагировании этиловым эфиром и нейтрализации их спиртовым раствором гидроокиси натрия.

2. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

2.1. При проведении испытаний применяют реактивы квалификации ч. д. а. и дистиллированную воду или воду такой же чистоты.

2.2. Масса пробы, взятой для испытаний, зависит от предполагаемого количества всех жирных кислот. Высушенный экстракт должен содержать не менее 2 g жирных кислот.

3. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Прибор дистилляционный, содержащий приемную колбу вместимостью 250 cm^3 и дистилляционную колбу вместимостью 300 cm^3.

3.2. Воронки делительные вместимостью 500 cm^3 — 2 шт.

3.3. Шкаф сушильный с температурой нагрева не менее 120 °С.

3.4. Баня водяная.

3.5. Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,001 g.

3.6. Бумага фильтровальная с размером пор 3,7 μm.

3.7. Холодильник обратный.

3.8. Стакан химический вместимостью 200 cm^3.

3.9. Бюкса.

Утвержден Постоянной Комиссией по сотрудничеству
в области стандартизации
Прага, июль 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

4. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

4.1. Эфир этиловый.

4.2. Кислота серная, разбавленная 1+1.

4.3. Кислота соляная, разбавленная 1+2.

4.4. Натрия гидроокись, спиртовой раствор c (NaOH) = =0,5 mol/dm^3.

4.5. Натрий хлористый, 10 %-ный раствор.

4.6. Спирт этиловый, 96 %-ный, нейтрализованный раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

4.7. Метиловый оранжевый, 0,2 %-ный раствор, готовят по СТ СЭВ 809—77.

4.8. Фенолфталеин, 1 %-ный спиртовой раствор, готовят по СТ СЭВ 809—77.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1. В бюксе взвешивают от 2 до 10 g пробы с погрешностью не более 0,001 g. Количественно переносят пробу в химический стакан вместимостью 200 cm^3 и растворяют в 100 cm^3 воды при нагревании на водяной бане. Раствор в горячем состоянии количественно переносят в первую делительную воронку, добавляют 0,5 cm^3 раствора метилового оранжевого и разбавленную соляную или серную кислоту до появления неисчезающего розового оттенка раствора. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 100 cm^3 этилового эфира и при закрытой пробке встряхивают в течение 1 min. Для снятия образовавшегося избыточного давления в делительной воронке открывают сливной кран. Встряхивание повторяют 2—3 раза, после чего отстаивают до получения прозрачного водного слоя.

Нижний кислый слой сливают во вторую делительную воронку, добавляют 50 cm^3 этилового эфира и экстрагирование повторяют. Собранные во второй делительной воронке эфирные экстракты обрабатывают 50 cm^3 раствора хлористого натрия. Эту операцию повторяют до тех пор, пока промывные воды не перестанут вступать в реакцию с раствором метилового оранжевого. Эфирные вытяжки фильтруют через бумажный фильтр во взвешенную дистилляционную колбу. Делительную воронку и фильтр промывают несколько раз до полного удаления жиров небольшими порциями этилового эфира. Промывные растворы добавляют в дистилляционную колбу. Из дистилляционной колбы отгоняют эфир на водяной бане, остаток растворяют в этиловом спирте (для растворения 2 g жирных кислот используют около 25—30 cm^3 этилового спирта) и титруют спиртовым раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски по фенолфталеину. Затем этиловый спирт отгоняют, колбу с остатком помещают в сушильный шкаф и высуши-

вают при температуре 120 °С. Высушивание проводят до тех пор, пока два последующих взвешивания после 15 min высушивания не будут отличаться друг от друга не более, чем на 0,002 g.

5.2. Мыла, содержащие в воде нерастворимые наполнители, заранее растворяют в 100 cm^3 60 %-ного этанола, фильтруют, остаток на фильтре промывают горячим 60 %-ным этанолом до полного устранения мыла. Из фильтрата отгоняют этанол, мыло растворяют в воде. Далее испытания проводят в соответствии с п. 5.1.

5.3. В случае, если растворение мыла в делительной воронке затруднено (происходит возникновение комков) и точность определения снижена под влиянием присадочных веществ, содержащихся в мыле, допускается после прибавления кислоты к раствору мыла ускорить разложение путем его нагревания в колбе с пришлифованной пробкой с обратным холодильником до осветления отдельных слоев. Содержимое колбы потом переводят в делительную воронку и после охлаждения до комнатной температуры экстрагируют этиловым эфиром. Далее испытание проводят в соответствии с требованиями п. 5.1.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Содержание жирных кислот (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=[m_1-(V\cdot c\cdot f\cdot 0{,}022)]\cdot\frac{100}{m},$$

где m_1 — масса остатка в колбе после высушивания, g;

V — объем раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование, cm^3;

m — масса пробы, взятой для испытания, g;

c — концентрация этанолового раствора гидроокиси натрия, равная 0,5 mol/dm^3;

f — поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия.

6.2. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

Конец

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 Автор — делегация ЧССР в Постоянной Комиссии по сотрудничеству в области химической промышленности

2 Тема — 14 550 34—82

3 Стандарт СЭВ утвержден на 53-м заседании ПКС

4 Сроки начала применения стандарта СЭВ

Страны—члены СЭВ	Сроки начала применения стандарта СЭВ	
	в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	в народном хозяйстве
НРБ	Июль 1985 г	Июль 1985 г
ВНР	Январь 1986 г	—
СРВ		
ГДР	—	—
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Июль 1985 г.	Июль 1985 г
СРР	Январь 1985 г.	—
СССР	Июль 1985 г	
ЧССР	Январь 1985 г	Июль 1985 г

5 Срок первой проверки — 1990 г, периодичность проверки — 5 лет

Сдано в наб 30 09 83 Подп в печ 19 04 84 0,25 усл п л
0,25 усл кр отт 0,24 уч-изд л Тир 850 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер, 3
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер, 6 Зак 1069

gost.e-ecolog.ru