ГОСТ Р 50482—93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕОМЫЛЯЕМЫХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

БЗ 2—93/201

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 630.86.001:4 : 006.354 Группа Л49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

Метод определения неомыляемых веществ

ГОСТ Р 50482—93

Wood chemical products Method for determination of the unsaponifiable matters

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.94

Настоящий стандарт распространяется на лесохимические продукты и устанавливает метод определения неомыляемых веществ в сосновой и талловой канифоли, жирных талловых кислотах, талловом дистиллированном и талловом сыром масле, а также в других лесохимических продуктах.

Метод основан на омылении навески продукта спиртовым раствором щелочи, экстракции неомыляемых веществ, отгонке растворителя, сушке и взвешивании неомыляемых веществ.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы отбирают согласно требованиям действующих стандартов или технических условий на соответствующие лесохимические продукты.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Бюретка вместимостью 10 см^3.

Воронка делительная ВД-1(2)—250(500) по ГОСТ 25336.

Колба коническая Кн-1—250—24/29(19/26) по ГОСТ 25336.

Колба круглодонная К-1—250—29/32 по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ-1(2)—14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см^3.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный прокаленным хлористым кальцием или высушенным сернокислым натрием по ГОСТ 6318.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Капилляры стеклянные, запаянные с одного конца.

Баня водяная.

Секундомер или часы песочные на 1 мин.

Ацетон по ГОСТ 2603 или по ГОСТ 2768.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., концентрированный раствор и спиртовой раствор молярной концентрации c (КОН) = 1 моль/дм^3 (1 н.) и c (КОН) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н); готовят по ГОСТ 25794.3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 и раствор этилового спирта с массовой долей 50 %.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Эфир этиловый.

Эфир петролейный марки 40—70.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Около 5 г продукта взвешивают в конической колбе (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и добавляют 50 см^3 раствора гидроокиси калия концентрации 1 моль/дм^3.

В колбу с щелочным раствором бросают несколько стеклянных капилляров, присоединяют к ней обратный холодильник и кипятят раствор на водяной бане в течение 1 ч, после чего через трубку холодильника доливают 50 см^3 воды и содержимое колбы перемешивают.

Охлажденный раствор переносят в делительную воронку, колбу промывают несколько раз петролейным эфиром, используя всего 50 см^3. Эфирный раствор неомыляемых веществ также переносят в делительную воронку. Воронку тщательно взбалтывают в течение 1 мин, после чего содержимому дают отстояться до полного разбавления слоев. Нижний слой — раствор мыла сливают во вторую делительную воронку (в случае образования эмульсии добавляют небольшое количество спирта или хлористого натрия, или концентрированного раствора гидроокиси калия) и экстрагируют, взбалтывая 1 мин, еще два раза, добавляя каждый раз по 50 см^3 петролейного эфира.

Эфирный экстракт, полученный после трех экстракций, объединяют в первой делительной воронке и промывают не менее трех раз 25 см³ раствора этилового спирта с массовой долей 50% до нейтральной реакции по фенолфталеину.

Эфирный экстракт неомыляемых веществ количественно переносят в сухую взвешенную круглодонную или коническую колбу. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Воронку промывают 15 см³ петролейного эфира, который соединяют с экстрактом. Петролейный эфир отгоняют на водяной бане, колбу охлаждают и к полученному остатку добавляют 5 см³ ацетона, который затем отгоняют на водяной бане.

Колбу с остатком неомыляемых веществ сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при (103±2) °С. При этом колба должна быть расположена почти горизонтально. Затем ее охлаждают в эксикаторе и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Высушивание повторяют (длительность повторной сушки 15 мин) до тех пор, пока разница между результатами последних взвешиваний будет меньше 0,0015 г.

Затем остаток растворяют в 4 см³ этилового эфира, добавляют 20 см³ этилового спирта (нейтрализованного до слабо-розовой окраски по фенолфталеину) и титруют из бюретки спиртовым раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³ до слабо-розовой окраски. Определяют массу свободных жирных кислот в пересчете на олеиновую кислоту и вносят соответствующую поправку в найденную массу высушенного остатка.

Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов без добавления анализируемого продукта. Контрольный опыт проводят для каждой новой партии реактивов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю неомыляемых веществ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески анализируемой пробы, г;

m_1 — масса остатка после высушивания, г;

m_2 — масса остатка, полученного в результате контрольного опыта, г;

m_3 — масса свободных жирных кислот в пересчете на олеиновую кислоту, г, найденная по формуле

$$m_3 = 0{,}028\ V,$$

где 0,028— масса олеиновой кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси калия концентрации точно c (КОН) =0,1 моль/дм³, г;

V— объем раствора гидроокиси калия, израсходованного на титрование остатка неомыляемых веществ, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,4%.

Абсолютное допускаемое расхождение при межлабораторном контроле не должно превышать 1,3% при доверительной вероятности P=0,95.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Центральным научно-исследовательским лесохимическим институтом

РАЗРАБОТЧИКИ:

А. Н. Трофимов, О. В. Скворцова, А. М. Майзель, Г. Е. Зильбербранд

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 08.02.93 № 28

3. **Срок проверки — 1999 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 2603—79	2	ГОСТ 17299—78	2
ГОСТ 2768—84	2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 4233—77	2	ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 4919.1—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 6318—77	2	ГОСТ 25791.3—83	2

Редактор *Н. П Щукина*
Технический редактор *В Н Малькова*
Корректор *В С Черная*

Сдано в наб 05 03 93 Подп к печ 10 06 93 Усл п л 0,5 Усл кр -отт. 0,5.
Уч изд л 0,27. Тираж 354 экз С 268

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер, 6 Зак 141

gost.e-ecolog.ru