



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МИЛО

Визначення вмісту загальних кількостей луку
та жирових речовин
(ISO 685–1975, IDT)

ДСТУ ISO 685:2004

Видання офіційне

БЗ № 10–2004/402

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2006

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Український науково-дослідний інститут олій та жирів спільно з технічним комітетом зі стандартизації «Рослинні олії, жири і продукти їх переробки» (ТК 86)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Л. Сімакович; Г. Гаврилов**, канд. техн. наук;
Л. Григорова; Л. Кузнецова

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 15 листопада 2004 р. № 257 з 2006–04–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 685:1975 Analysis of soaps — Determination of total alkali content and total fatty matter content (Аналіз мила. Визначення вмісту загальних кількостей лугу та жирових речовин)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України**

Держспоживстандарт України, 2006

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	1
4 Принцип	2
5 Реактиви	2
6 Устаткування	2
7 Відбирання проб	2
8 Процедура	2
9 Опрацювання результатів	4
10 Протокол випробування	4

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 685:1975 Analysis of soaps — Determination of total alkali content and total fatty matter content (Аналіз мила. Визначення вмісту загальних кількостей лугу та жирових речовин).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 86 «Рослинні олії, жири і продукти їх переробки».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
 - змінено назву стандарту для узгодження з попередньо виданими стандартами;
 - структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ», «Терміни та визначення понять» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
 - до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», виділене у тексті рамкою;
 - одиниці об'єму «л» та «дм³» замінено на «см³» та «дм³» (система SI) згідно з вимогами ДСТУ 3651–97.
 - термін **нафта легка, світла** (*light petroleum*) замінено на **петролейний ефір**. Цей реактив видобувають розганянням бензинової фракції нафти, він являє собою легку фракцію і має ту саму температуру кипіння, яка наведена у стандарті.
- Копії стандартів, на які є посилання у цьому стандарті, можна отримати у Головному фонді нормативних документів ДП «УкрНДНЦ».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МИЛО

Визначення вмісту загальних кількостей лугу
та жирових речовин

МЫЛО

Определение содержания общих количеств щелочи
и жировых веществ

SOAP

Determination of total alkali content
and total fatty matter content

Чинний від 2006–04–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт встановлює метод одночасного визначання загального вмісту лугу¹⁾ і загального вмісту жирових речовин в милі, крім складових продуктів.

Цей метод визначання вмісту загальної кількості лугу не застосовують до забарвлених сортів мила, якщо їх колір співпадає з метилоранжем.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

ISO 684 Analysis of soaps — Determination of total free alkali
ISO... Soaps — Sampling.²⁾

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 684 Аналіз мила. Визначання загальної кількості вільного лугу
ISO ... Мила. Відбирання зразків²⁾

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано такі терміни:

3.1 загальна кількість лугу (*total alkali*)

Сума всіх лужних основ у милі в поєднанні з жирними і смоляними кислотами, а також з гідроксидами і карбонатами вільних лужних металів і будь-яких присутніх силікатів, які титрують в умовах проведення випробування.

Результати виражають залежно від сорту мила кількістю вмісту у милі гідроксиду натрію (NaOH) або гідроксиду калію (KOH), вираженого у відсотках за масою.

¹⁾ Див. ISO 684.

²⁾ У стадії розроблення.

3.2 загальна кількість жирних речовин (*total fatter matter*)

Нерозчинні у воді жирові матеріали, отримані внаслідок розкладання мила в заданих умовах в якій-небудь мінеральній кислоті. Під цим терміном мають на увазі неомильну речовину, гліцериди і будь-які інші смоляні кислоти, що містяться в милі крім жирних кислот.

4 ПРИНЦИП

Розкладання мила за допомогою певної кількості стандартного розчину кислоти, екстрагування і розділення жирової речовини, що звільнилася з петролейним ефіром і визначання вмісту загальної кількості луку титруванням надлишку кислоти, що є у водній фазі, титрованим розчином гідроксиду натрію. Після випаровування з екстракту петролейного ефіру залишок розчиняють в етанолі і жирні кислоти нейтралізують стандартним розчином гідроксиду калію. Етанол випаровують і зважують мило, це дає змогу визначити загальну кількість жирової речовини.

5 РЕАКТИВИ

Для аналізування застосовують реактиви тільки визнаного аналітичного класу, здистильовану або здемінералізовану воду еквівалентної чистоти.

5.1 Ацетон

5.2 Петролейний ефір, за температури кипіння від 40 °С до 60 °С

5.3 Розчин етанолу, 95 % (об'ємного співвідношення V/V), нейтралізований розчином фенолфталеїну (5.8).

5.4 Сірчана кислота або соляна кислота, 1 н стандартний об'ємний розчин.

5.5 Гідроксид натрію, 1 н стандартний об'ємний розчин, титрований з використанням розчину метилоранжу (5.7), як індикатора.

5.6 Гідроксид калію, 1 н стандартний об'ємний розчин в етанолі (5.3).

5.7 Метилоранж, розчин, 2 г/дм³.

5.8 Фенолфталеїн, розчин в етанолі (5.3), 10 г/дм³.

6 УСТАТКОВАННЯ

Звичайне лабораторне устаткування, і зокрема, таке:

6.1 Лабораторна склянка місткістю 250 см³, низька, згідно з ISO 3819.

6.2 Ділильні лійки, місткістю 500 см³, або

6.3 Екстрагувальні циліндри місткістю 250 см³, діаметром 39 мм, висотою 355 мм, з відшліфованим скляним корком.

6.4 Водяна баня.

6.5 Сушильна шафа, що здатна підтримувати температуру (103 ± 2) °С.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Лабораторну пробу мила готують і зберігають відповідно до вимог стандарту ISO...

8 ПРОЦЕДУРА

На одній і тій самій пробі проводять два визначання.

8.1 Зразок для випробовування

У лабораторну склянку (6.1) з точністю до 0,001 г відважують близько 5 г лабораторної проби.

8.2 Визначання

Зразок для випробовування (8.1) розчиняють у 100 см³ гарячої води. Переносять розчин в ділильну лійку (6.2) або в екстрагувальний циліндр (6.3), промивають лабораторну склянку невеликою кількістю води, зливаючи промивні води в ділильну лійку або в екстрагувальний циліндр.

Додають декілька крапель розчину метилоранжу (5.7) і потім, під час ретельного струшування ділильної лійки або екстрагувального циліндра, з бюретки додають точно відміряну кількість соляної або сірчаної кислоти (5.4), з надлишком 5 см³. Вміст ділильної лійки або екстрагувального циліндра охолоджують до температури 25 °С і додають 100 см³ петролейного ефіру (5.2). Закривають корком і обережно перевертають ділильну лійку або екстрагувальний циліндр, притримуючи корок. Поступово відкривають кран ділильної лійки або корок екстрагувального циліндра, щоб зменшити тиск, потім закривають, обережно збовтують, і знову зменшують тиск. Повторюють збовтування доти, поки водний шар не стане прозорий, а потім дають йому відстоятися.

а) Використання ділильної лійки:

Водний шар зливають у другу ділильну лійку (6.2) і екстрагують 50 см³ петролейного ефіру (5.2). Цей процес повторюють, збираючи водний шар в конічну колбу, і три екстракти петролейного ефіру з'єднують у першій ділильній лійці.

б) Використання екстрагувального циліндра:

За допомогою сифона в ділильну лійку (6.2) повністю зливають шар петролейного ефіру. Екстрагування повторюють двічі по 50 см³ петролейного ефіру (5.2), три екстракти петролейного ефіру збирають в першій ділильній лійці; водний шар переливають, по можливості, повністю в конічну колбу і екстрагувальний циліндр промивають невеликою кількістю води, додаючи промивні води в конічну колбу.

Екстракт петролейного ефіру промивають водою (близько 25 см³), струшуючи лійку з вмістом доти, доки промивні води не будуть давати забарвлення з розчином метилоранжу (5.7). Зазвичай достатньо трьох промивань.

Примітка. Перед тим, як злити водний шар, кожну промивку відстоюють протягом 5 хв, щоб між шарами утворилася чітка лінія розмежування.

Після того, як зійшли останні промивні води, різко обертають ділильну лійку без перекидання її, щоб позбутися крапель води, які залишилися на стінках.

Відстоюють не менше 5 хв і зливають воду, що відділилася.

Води від промивання екстракту петролейного ефіру збирають в конічну колбу, де вже є водний шар.

8.2.1 Визначання загального вмісту луку

Титрують змішаний водно-кислотний шар і промивні води розчином гідроксиду натрію (5.5) в присутності індикатора метилоранжу (5.7).

8.2.2 Визначання загального вмісту жирової речовини

У попередньо зважену колбу з пласким дном обережно переливають промитий розчин петролейного ефіру, за необхідності, відфільтровують його через сухий фільтрувальний папір. Ділильну лійку обполіскують двома або трьома невеликими кількостями петролейного ефіру; зливають в колбу, вживаючи заходів обережності, щоб уникнути випаровування петролейного ефіру під час фільтрування. Фільтр ретельно промивають петролейним ефіром, змиви збирають у колбу.

На водяній бані (6.4), а потім на повільному потоці холодного сухого азоту або повітря, дотримуючись запобіжних засобів, випарюють практично весь петролейний ефір.

Залишок розчиняють у 20 см³ етанолу (5.3), додають декілька крапель розчину фенолфталеїну (5.8) і титрують етанольним розчином гідроксиду натрію (5.6) до утворення постійної рожевої забарви. Об'єм, який використовують, записують.

Етанольний розчин випарюють на водяній бані (6.4). Коли випаровування буде підходити до кінця, колбу обертають, щоб калієве мило тонким шаром розподілилося на стінках і дні судини.

Проводять попереднє висушування калієвого мила, добавляючи ацетон (5.1) і випаровуючи його під слабим потоком холодного сухого азоту або повітря. Потім висушують його в сушильній шафі (6.5) за температури (103 ± 2) °С до постійної маси доти, доки розходження в масі після підігрівання протягом додаткових 15 хв не перевищить 3 мг. Охолоджують в ексикаторі і зважують.

9 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Загальний вміст лугу

9.1.1 Метод розраховування і формули

Загальний вміст лугу виражають у відсотках від маси за формулами:

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

відображає вміст гідроксиду натрію (NaOH) для натрієвого мила,

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

відображає вміст гідроксиду калію (KOH) для калієвого мила,

де m — маса проби для випробовування (8.1), г;

V_0 — об'єм використаного стандартного об'ємного розчину кислоти (5.4), см³;

V_1 — об'єм використаного стандартного об'ємного розчину гідроксиду натрію (5.5), см³;

T_0 — точна нормальність стандартного об'ємного розчину кислоти (5.4);

T_1 — точна нормальність стандартного об'ємного розчину гідроксиду натрію (5.5).

Загальний вміст лугу виражають в міліеквівалентах/грам за формулою:

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

Як результат беруть середнє арифметичне двох визначань.

9.1.2 Відтворність

Розходження між результатами, отриманими внаслідок дослідження одного і того самого зразка в двох різних лабораторіях, не повинні перевищувати 0,2 % величини отриманого відсоткового показника за масою загального вмісту лугу, вираженого як гідроксид натрію або гідроксид калію.

9.2 Загальний вміст жирової речовини

9.2.1 Метод розраховування і формули

Загальний вміст жирових речовин, виражений у відсотках від маси, обраховують за формулою:

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

де m_0 — маса проби для випробовування (8.1), г;

m_1 — маса сухого калієвого мила, г;

V — об'єм стандартного об'ємного етанольного розчину гідроксиду натрію (5.6), використаного для нейтралізування, см³;

T — точна нормальність використаного стандартного об'ємного розчину гідроксиду калію (5.6).

Як результат беруть середнє арифметичне двох визначень, округляючи результат з точністю 0,1 %.

9.2.2 Відтворність

Розходження між результатами, отриманими внаслідок дослідження одного і того самого зразка в двох різних лабораторіях, не повинні перевищувати 0,2 % величини отриманого відсоткового показника за масою загального вмісту лугу.

10 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити:

a) посилання на метод, який використовують у випробовуванні;

b) результати і метод представлення;

c) будь-які незвичайні особливості, помічені в процесі проведення випробовування; умови випробовування;

c) всі робочі подробиці, які не визначені у цьому стандарті, або вважалися як оптимальні.

УКНД 71.100.40

Ключові слова: поверхнево-активні речовини, мила, хімічний аналіз, визначання вмісту, луг, об'ємне аналізування.

Редактор **С. Ковалець**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **Т. Нагорна**
Верстальник **С. Павленко**

Підписано до друку 06.07.2006. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Відділ науково-технічного редагування
та термінології нормативних документів ДП «УкрНДНЦ»
03115, Київ, вул. Святошинська, 2