НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МИЛО

Визначення неомильних, неомилених та омильних неомилених речовин (ISO 1067:1974, IDT)

ДСТУ ISO 1067:2004

Видання офіційне

БЗ № 11– 2004/528

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 11 січня 2005 р. № 10 з 2006–05–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 1067:1974 Analysis of soaps — Determination of unsaponifiable, unsaponified and unsaponified saponifiable matter (Аналіз мила. Визначення неомильних, неомилених та омильних неомилених 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 Призначення 1

2 Сфера застосування 1

3 Принцип 1

4 Реактиви 1

5 Апаратура 2

6 Відбирання проб 2

7 Процедура 2

8 Опрацьовування результатів 3

9 Протокол випробовування 3

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 1067:1974 Analysis of soaps — Determination of unsaponifiable, unsaponified and unsaponified saponifiable matter (Аналіз мила. Визначення неомильних, неомилених та омильних неомилених 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 попердньо виданими стандартами;

— структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— одиниці об'єму «ml» та «l» замінено на «см^3» та «дм^3»(система SI) згідно з вимогами ДСТУ 3651–97.

— термін **нафта легка, світла** (*light petroleum*) замінено на **петролейний ефір.** Цей реактив видобувають розгонкою бензинової фракції нафти, яка являє собою легку фракцію і має ту саму температуру кипіння, яку наведено у стандарті.

Копії стандартів, на які є посилання у цьому стандарті, можна отримати у Головному фонді нормативних документів ДП «УкрНДНЦ».

ДСТУ ISO 1067:2004

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

МИЛО
Визначе ння неомильних, неомилених та омильних неомилених речовин

МЫЛО
Определение неомыляемых, неомыленных и омыляемых неомыленных веществ

SOAPS
Determination of unsaponifiable, unsaponified and unsaponified saponifiable matter

Чинний від 2006–05–01

1 ПРИЗНАЧЕННЯ

Цей стандарт встановлює метод визначання вмісту неомильних, неомилених та омильних але неомилених речовин в милі, за винятком сумішей.

2 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей метод застосовують для визначання вмісту речовин, крім вільних кислот, які розчиняються в гексані або в петролейному ефірі (речовини неомильні та неомилені) і які можуть бути омилені (речовини омильні неомилені).

Метод не розповсюджується на мила, збагачені стеаринами або спиртами з довгим полімерним ланцюгом, а також на мила з запашниками.

3 ПРИНЦИП

Метод полягає в екстрагуванні речовин, розчинних в гексані, титруванні гідроксидом калію вільних жирних кислот.

Омилення речовин, розчинних у гексані, нейтралізованих таким чином, і екстрагування гексаном неомильних речовин.

4 РЕАКТИВИ

У процесі визначання застосовують здистильовану воду або воду еквівалентної чистоти. Реактиви мають такі характеристики:

4.1 Етанол без діоксиду вуглецю, знейтралізований у гарячому стані у присутності фенолфталеїну (4.6) за допомогою розчину гідроксиду калію (4.4) в етанолі.

4.2 Гідрогенокарбонат натрію, розчин 10 г/дм^3.

4.3 н-Гексан, технічний або, у разі відсутності його, **петролейний ефір,** здистильований за температури від 40 ^{o}C до 60 ^{o}C, з бромним числом меншим за 1 і який не має осаду.

Видання офіційне

4.4 Гідроксид калію, 0,1 н титрований розчин в етанолі.

4.5 Гідроксид калію, 2 н титрований розчин в етанолі.

4.6. Фенолфталеїн, розчин з концентрацією 10 г/дм^3 в 95%-ому (за об'ємом) етанолі.

5 АПАРАТУРА

Звичайна лабораторна апаратура, зокрема:

5.1 Хімічна склянка місткістю 250 см^3.

5.2 Ділильні лійки місткістю від 50 см^3 і 250 см^3.

5.3 Колби місткістю 100 см^3 і 250 см^3 згідно з вимогами ISO/R 1773.

5.4 Мікробюретка місткістю 2 см^3.

5.5 Піпетка місткістю 10 см^3 згідно з вимогами ISO/R 648.

5.6 Термостат з терморегулятором до (103 ± 2) °С.

6 ВІДБИРАННЯ ЗРАЗКІВ

Відбирають зразки мила для лабораторного аналізування згідно з вимогами стандарту ISO «Мило. Відбирання проб»[1)].

7 ПРОЦЕДУРА

7.1 Проба для аналізування

У хімічну склянку місткістю 250 см^3 (5.1) вміщують близько 5 г лабораторного зразка дрібно натертого мила, зваженого з точністю до 0,001 г.

7.2 Визначання

До проби для аналізування мила (7.1) додають 50 см^3 знейтралізованого етанолу (4.1) і 50 см^3 розчину гідрогенокарбонату натрію (4.2). Розчиняють суміш, нагріваючи її не вище за 70 °С.

Після повного розчинення охолоджують і переливають розчин кількісно в ділильну лійку місткістю 250 см^3 (5.2), обполіскуючи склянку декілька разів сумішшю рівних об'ємів знейтралізованого етанолу (4.1) і водного розчину гідрогенокарбонату натрію (4.2), і проводять три екстрагування, обережно додаючи кожен раз 50 см^3 гексану або петролейного ефіру (4.3). Збирають екстракти, у разі необхідності фільтрують їх і промивають до нейтральної реакції з фенолфталеїном, використовуючи під час кожного промивання 50 см^3 суміші в однакових об'ємах нейтралізованого етанолу (4.1) і води. Зазвичай вистачає трьох промивань. Розчин кількісно переливають в колбу місткістю 250 см^3 (5.3), заздалегідь висушену в термостаті (5.6) за температури (103 ± 2) °С, потім охолоджену в ексикаторі і зважену з точністю до 0,2 мг.

Після цього випаровують більшу частину розчинника на водяній бані і видаляють залишок розчинника, пропускаючи безпосередньо через колбу струмінь сухого повітря, одночасно повертаючи колбу і утримуючи її в нахиленому положенні майже цілком занурену у водяну баню.

Потім сушать колбу з осадом протягом 5 хв у термостаті (5.6) за температури (103 ± 2) °С, охолоджують в ексикаторі і зважують з точністю до 0,2 мг. Повторюють ці операції доти, доки різниця між двома послідовними зважуваннями буде не більша ніж 2 мг. Позначають цю масу m_1.

Розчиняють осад в декількох см^3 знейтралізованого етанолу (4.1). Титрують вільну кислоту розчином гідроксиду калію (4.4) за допомогою мікробюретки (5.4) в присутності фенолфталеїну (4.6) до появи рожевої забарви. Об'єм цього розчину, витраченого для титрування, позначають *V*.

Наливають 10,0 см^3 розчину гідроксиду калію (4.5) за допомогою піпетки (5.5). Доводять до кипіння і кип'ятять протягом 30 хв під дефлегматором. Додають об'єм води, рівний об'єму розчину. Потім кількісно переливають отриманий розчин в ділильну лійку місткістю 50 см^3 (5.2), промиваючи колбу декількома кубічними сантиметрами суміші рівних об'ємів знейтралізованого етано-

---

[1)] Стандарт перебуває в стадії розроблення.

лу (4.1) і води. Проводять три екстрагування, використовуючи для цього кожен раз 10 $см^3$ гексану або петролейного ефіру (4.3). Збирають екстракти і промивають до нейтральної реакції з фенолфталеїном, використовуючи під час кожного промивання 10 $см^3$ суміші рівних об'ємів знейтралізованого етанолу (4.1) та води. Звичайно досить трьох промивань. Кількісно переливають розчин в колбу місткістю 100 $см^3$ (5.3), заздалегідь висушену в термостаті (5.6) за температури (103 ± 2) ^oC, охолоджену в ексикаторі і зважену з точністю до 0,2 мг.

Випаровують більшу частину розчинника на водяній бані і видаляють залишки розчинника, пропускаючи безпосередньо через колбу струмінь сухого повітря, одночасно повертаючи колбу і утримуючи її в нахиленому положенні майже цілком занурену у водяну баню.

Потім сушать колбу з осадом протягом 5 хв у термостаті (5.6) за температури (103 ± 2) ^oC, охолоджують в ексикаторі і зважують з точністю до 0,2 мг. Повторюють ці операції доти, поки різниця між двома послідовними зважуваннями буде не більша ніж 2 мг. Позначають цю масу m_2.

8 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Вміст в милі неомилених і неомильних речовин у відсотках за масою обчислюють за формулою:

$$\left(m_1 - \frac{V \cdot M}{10000}\right) \cdot \frac{100}{m_0}. \qquad (1)$$

Вміст в милі неомильних речовин у відсотках за масою обчислюють за формулою:

$$m_2 \cdot \frac{100}{m_0}. \qquad (2)$$

Вміст в милі омильних, але неомилених речовин у відсотках за масою обчислюють за формулою:

$$\left(m_1 - \frac{V \cdot M}{10000} - m_2\right) \cdot \frac{100}{m_0}, \qquad (3)$$

де m_0 — маса проби для аналізування, г;
m_1 — маса першого екстракту, г;
m_2 — маса другого екстракту, г;
M — середня молярна маса жирних кислот в милі (див. примітку);
V — об'єм 0,1 н титрованого розчину гідроксиду калію в етанолі (4.4), витраченого для визначання кислотності першого екстракту.

Примітка. Середню молярну масу (М) жирних кислот в милі визначають титруванням жирних кислот, ізольованих після початкового омилювання зразка мила, видалення неомильних речовин і окиснювання мильного розчину.

9 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити:
a) використаний метод і отримані результати;
b) всі дані необхідні для повної ідентифікації зразка;
c) умови проведення випробовування;
d) подробиці не передбачені цим стандартом або факультативні;
e) всі випадкові явища, які можуть вплинути на результати.

УКНД 71.100.40

Ключові слова: мила, поверхнево-активна речовина, хімічне аналізування, кількісне аналізування, омилення.

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

Підписано до друку 15.08.2006. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

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