

|   |  |                       |
|---|--|-----------------------|
| <b>СОВЕТ<br/>ЭКОНОМИЧЕСКОЙ<br/>ВЗАИМОПОМОЩИ</b> | <b>СТАНДАРТ СЭВ</b>  | <b>СТ СЭВ 4161—83</b> |
|   | <b>МЫЛА</b><br>Метод определения<br>содержания жирных кислот | Взамен<br>РС 5608—76  |
|   |  | Группа Р19            |

### 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 гидроксида 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 см<sup>3</sup> и дистилляционную колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup>.

3.2. Воронки делительные вместимостью 500 см<sup>3</sup> — 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 мк.

3.7. Холодильник обратный.

3.8. Стакан химический вместимостью 200 см<sup>3</sup>.

3.9. Бюкса.

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

#### 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 с (NaOH) =  $= 0,5 \text{ mol/dm}^3$ .
- 4.5. Натрий хлористый, 10 %-ный раствор.
- 4.6. Спирт этиловый, 96 %-ный, нейтрализованный раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.
- 4.7. Метилловый 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 см<sup>3</sup> и растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при нагревании на водяной бане. Раствор в горячем состоянии количественно переносят в первую делительную воронку, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора метилового оранжевого и разбавленную соляную или серную кислоту до появления исчезающего розового оттенка раствора. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> этилового эфира и экстрагирование повторяют. Собранные во второй делительной воронке эфирные экстракты обрабатывают 50 см<sup>3</sup> 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 большими 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 притертой 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 тигрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса пробы, взятой для испытания, g;

$c$  — концентрация этанолового раствора гидроокиси натрия, равная 0,5 mol/dm<sup>3</sup>;

$f$  — 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  
 0,25 усл кр отт

Подп в печ 19 04 84  
 0,24 уч-изд л Тир 850

0,25 усл п л  
 Цена 3 коп.

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