

ГОСТ Р 50482—93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕОМЫЛЯЕМЫХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

БЗ 2—93/201



ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

GOST
RUSSIA

ГОСТ Р 50482-93, Продукты лесохимические. Метод определения неомыляемых веществ
Wood chemical products. Method for determination of the unsaponifiable matters

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

Метод определения неомыляемых веществ

Wood chemical products. Method for determination
of the unsaponifiable matters

ГОСТ Р

50482—93

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.94

Настоящий стандарт распространяется на лесохимические продукты и устанавливает метод определения неомыляемых веществ в сосновой и талловой кауцифоли, 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 см³.

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 см³.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный прокаленным хлористым кальцием или высушенным сернистым 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 гидроксид по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., концентрированный раствор и спиртовой раствор молярной концентрации $c(\text{KOH})=1$ моль/дм³ (1 н.) и $c(\text{KOH})=0,1$ моль/дм³ (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 см³ раствора гидроксида калия концентрации 1 моль/дм³.

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 см³ воды и содержимое колбы перемешивают.

Охлажденный раствор переносят в делительную воронку, колбу промывают несколько раз петролейным эфиром, используя всего 50 см³. 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 гидроксида калия) и экстрагируют, взбалтывая 1 мин, еще два раза, добавляя каждый раз по 50 см³ 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 гидроксида 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 оленовой кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида калия концентрации точно $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³, г;

V — объем раствора гидроксида 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 17209—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 25794.3—83	2

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

Сдано в наб. 05.03.93. Подл. в печ. 10/05/93 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5.
Уч.-изд. л. 0,27. Тираж 30 экз. С 208.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тел. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6-308. 141.