

ГОСТ Р 50482—93

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

**ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ**  
**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НЕОМЫЛЯЕМЫХ ВЕЩЕСТВ**

Издание официальное

БЗ 2—93/201

ГОСТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

**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 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

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

## С. 2 ГОСТ Р 50482—93

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  $c(\text{KOH})=1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) и  $c(\text{KOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (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<sup>3</sup> раствора гидроокиси калия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> воды и содержимое колбы перемешивают.

Охлажденный раствор переносят в делительную воронку, колбу промывают несколько раз петролейным эфиром, используя всего 50 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> петролейного эфира.

Эфирный экстракт, полученный после трех экстракций, объединяют в первой делительной воронке и промывают не менее трех раз 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> петролейного эфира, который соединяют с экстрактом. Петролейный эфир отгоняют на водяной бане, колбу охлаждают и к полученному остатку добавляют 5 см<sup>3</sup> ацетона, который затем отгоняют на водяной бане.

Колбу с остатком неомыляемых веществ сушат в течение 1 ч в сушильном шкафу при  $(103 \pm 2)$  °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 см<sup>3</sup> этилового эфира, добавляют 20 см<sup>3</sup> этилового спирта (нейтрализованного до слабо-розовой окраски по фенолфталеину) и титруют из бюретки спиртовым раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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

$$m_3 = 0,028 V,$$

**С. 4 ГОСТ Р 50482—93**

где 0,028—масса оленовой кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксида калия концентрации точно  $c(\text{KOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, г;

$V$ —объем раствора гидроксида калия, израсходованного на титрование остатка неомыляемых веществ, см<sup>3</sup>.

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 Государства 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 25794.3—83	2

Редактор *Н. П. Шукина*  
Технический редактор *В. П. Малекова*  
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 534 экз. С 208.

---

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