МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
790—
2023

МЫЛО ХОЗЯЙСТВЕННОЕ ТВЕРДОЕ И МЫЛО ТУАЛЕТНОЕ ТВЕРДОЕ

Правила приемки и методы испытаний

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2023 г. № 63)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 июля 2023 г. № 516-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 790—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2024 г. с правом досрочного применения

5 ВЗАМЕН ГОСТ 790—89

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МКС 71.100.70

Поправка к ГОСТ 790—2023 Мыло хозяйственное твердое и мыло туалетное твердое. Правила приемки и методы испытаний

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подраздел 7.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг и 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г. Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 8.1, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 9.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 10.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 10 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,01 г.
Подраздел 11.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г. Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 12.1, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Пункт А.1.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.

(ИУС № 6 2024 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЫЛО ХОЗЯЙСТВЕННОЕ ТВЕРДОЕ И МЫЛО ТУАЛЕТНОЕ ТВЕРДОЕ

Правила приемки и методы испытаний

Laundry bar soap and hard toilet soap. Acceptance rules and test methods

Дата введения — 2024—09—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на твердое хозяйственное мыло (далее — хозяйственное мыло) и твердое туалетное мыло (далее — туалетное мыло) и устанавливает правила приемки, а также методы определения физико-химических и органолептических показателей.

Определение справочных показателей (массовой доли неомыляемых органических веществ и неомыленного жира, йодного числа жирных кислот, выделенных из мыла, первоначального объема пены) — по приложению А.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 400 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4108 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4459 Реактивы. Калий хромово-кислый. Технические условия

ГОСТ 4523 Реактивы. Магний серно-кислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4530 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5475—69 Масла растительные. Методы определения йодного числа

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 11088 Реактивы. Магний нитрат 6-водный. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[2)]

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31692—2012 Продукция косметическая для бритья. Общие технические условия

ГОСТ ISO 685[1)] Анализ мыла. Определение общего содержания щелочи и жирных кислот

ГОСТ ISO 4323[2)] Мыло. Определение содержания хлоридов. Потенциометрический метод

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Правила приемки

3.1 Партией мыла на предприятии-изготовителе считают количество мыла одного наименования и названия (при наличии), изготовленное этим предприятием, одной даты выработки и предназначенное к одновременной сдаче-приемке.

Партией мыла на оптовых базах, складах и в розничной торговой сети считают продукцию одного наименования и названия (при наличии), одного изготовителя, полученную по одному транспортному документу, накладной или счету.

3.2 На каждую партию мыла оформляют документ, удостоверяющий качество, в котором указывают:

- наименование изготовителя, его местонахождение (юридический адрес, включая страну);
- наименование и название (при наличии), и группу (марку) мыла (при наличии);
- дату изготовления (месяц, год);
- срок хранения (для хозяйственного мыла) или срок годности (для туалетного мыла);
- номер партии или специальный код, позволяющий идентифицировать партию;
- результаты испытаний (исследований) и/или подтверждение соответствия;
- сведения о документе, в соответствии с которым произведена и может быть идентифицирована продукция.

Информацию указывают на русском языке и, при наличии соответствующих требований в законодательстве государств Содружества Независимых Государств (СНГ), на государственном(ых) языке(ах) государства СНГ, на территории которого реализуется продукция.

3.3 Для оценки качества мыла и контроля упаковки и маркировки отбирают среднюю пробу: от каждой партии туалетного мыла — 3 %, хозяйственного мыла — 1 % транспортных упаковок от партии, но не менее трех упаковок.

При отгрузке туалетного мыла в коробках или пачках для составления средней пробы отбирают от каждой партии 0,1 % коробок или пачек, но не менее трех мест от партии.

[1)] Не действует в Российской Федерации. В настоящее время осуществляются работы по введению в действие в Российской Федерации.

[2)] Не действует в Российской Федерации. В настоящее время осуществляются работы по введению в действие в Российской Федерации.

Если более 3 % отобранных от партии транспортных упаковок туалетного мыла и более 1 % упаковок хозяйственного мыла не соответствуют требованиям настоящего стандарта к упаковке и маркировке, проводят повторную проверку на удвоенной выборке. Результаты повторной проверки распространяют на всю партию.

3.4 При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенной выборке от той же партии. Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

4 Отбор проб

4.1 Из каждой отобранной транспортной упаковки с мылом массой нетто 4 кг и более отбирают три куска мыла по любой диагонали (из верхнего и нижнего углов и из среднего ряда), а из каждой отобранной транспортной упаковки с туалетным мылом массой нетто менее 4 кг — по одному куску.

При массе кусков туалетного мыла менее 200 г количество кусков, взятых от отобранных транспортных упаковок, соответственно увеличивается. Общая масса средней пробы от данной партии должна быть не менее 600 г.

4.2 Каждый кусок мыла средней пробы, отобранный для испытаний, взвешивают, записывая результат в граммах до первого десятичного знака, и определяют среднюю (далее — фактическую) массу куска для вычисления качественного числа (массы жирных кислот в пересчете на номинальную массу куска 100 г).

4.3 Отбор пробы для измерения массовой доли свободной едкой щелочи и свободного углекислого натрия проводят из трех случайным образом отобранных из средней пробы кусков мыла. Для этой цели применяют пробоотборник, который представляет собой металлическую трубку длиной 100 мм и внутренним диаметром от 5 до 10 мм.

На одном конце трубки плотно укреплено литое кольцо для удобства пользования, второй конец трубки заострен. Пробоотборник должен быть снабжен стержнем длиной 100—105 мм и головкой для выталкивания отобранной пробы мыла.

При отборе пробы хозяйственного мыла пробоотборником делают два прокола по всей высоте куска мыла: один в центре и второй у края куска. Каждую выделенную пробу мыла быстро разрезают пополам поперек, затем вдоль и помещают в четыре взвешенные колбы по 1/4 из каждой пробы. Содержимое двух колб используют для определения массовой доли свободной едкой щелочи, двух других — для измерения массовой доли углекислого натрия.

При отборе пробы туалетного мыла делают четыре прокола: два в центре и два у противоположных краев куска. Остальные операции проводят так же, как с хозяйственным мылом.

Измерение проводят сразу после отбора пробы.

4.4 Для измерения физико-химических показателей пробу для испытания готовят следующим образом: с помощью лабораторной мельницы измельчают (или натирают на терке) половину каждого куска мыла из средней пробы, полученную стружку высыпают на чистую сухую гладкую поверхность, быстро и хорошо перемешивают и методом квартования сокращают до 500 г. Эту пробу помещают в банку с плотной пробкой и оставляют в эксикаторе без водопоглощающих средств на 24 ч для равномерного распределения влаги.

5 Условия проведения испытаний

5.1 При подготовке и проведении испытаний в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды .....от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха .....от 20 % до 90 %;
- атмосферное давление .....от 86,0 до 106 кПа (от 650 до 800 мм рт. ст.).

5.2 Для всех методов испытаний допускается применение средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды с метрологическими и техническими характеристиками не ниже и реактивов и материалов по качеству не хуже указанных в разделах 6—12.

6 Определение органолептических показателей

6.1 Определение органолептических показателей проводят при температуре мыла не ниже 18 °С и не выше температуры окружающего воздуха лабораторного помещения. Если мыло хранилось до отбора проб при температуре ниже или выше указанной, то перед определением органолептических показателей мыло должно быть выдержано при указанной температуре в течение суток.

6.2 Консистенцию куска мыла определяют на ощупь легким надавливанием пальцами, не допуская деформации куска.

6.3 Цвет мыла определяют визуально.

6.4 Запах определяют органолептически, непосредственно после разрезания испытуемого куска на части.

6.5 Внешний вид и форму определяют визуально.

7 Определение массовой доли жирных кислот

7.1 Границы абсолютной погрешности метода ±Δ составляют:

- для туалетного мыла — 0,7 %;
- для хозяйственного мыла — 1,1 %.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг и 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Цилиндры 1(3)—25(50)—1 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1—250—29/32, Кн-2—250—40 по ГОСТ 25336.

Воронки ВД-1(2,3)—250(500) ХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-75—110(140), В-100—150 ХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1—1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Стакан В(Н)-1—150 ТС по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С.

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %.

Эфир диэтиловый.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, свежепрокаленный при температуре 250 °С — 300 °С в течение 7—8 ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, нейтрализованный раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски.

Метиловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор с массовой долей 10 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, спиртовой раствор концентрацией c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3.

Кальций хлористый обезвоженный чистый.

7.3 Проведение испытания

Взвешивают в колбе или в стакане (5,0 ± 0,5) г мыла с записью результата до третьего десятичного знака и растворяют в 60 см^3 дистиллированной воды, нагретой до кипения.

Раствор охлаждают до температуры 35 °С — 40 °С и переносят в делительную воронку № 1, в которую добавляют пять капель метилового оранжевого, затем добавляют раствор соляной или серной кислоты до появления неисчезающего розового оттенка водного слоя.

Содержимое делительной воронки № 1 перемешивают круговым вращением и после охлаждения и выделения жирных кислот добавляют 50 см^3 диэтилового эфира.

Колбу или стакан ополаскивают два раза дистиллированной водой (по 25 см^3), один раз раствором соляной или серной кислоты (5 см^3) и затем диэтиловым эфиром (25 см^3).

Воду, кислоту и эфир после каждого ополаскивания сливают в делительную воронку № 1.

Содержимое воронки слегка перемешивают круговым вращением, дают водной вытяжке отстояться и затем сливают ее в делительную воронку № 2, в которой ее вторично обрабатывают 30 см^3 диэтилового эфира. Отстоявшийся в делительной воронке № 2 водный слой сливают в ту же колбу или стакан, в которых проводилось растворение мыла, а эфирную вытяжку из нее — в делительную воронку № 1.

Водный слой возвращают в делительную воронку № 2 и экстрагируют в третий раз, используя 25 см^3 диэтилового эфира. Отстоявшийся в делительной воронке № 2 водный слой удаляют, а эфирную вытяжку из нее переносят в делительную воронку № 1. Делительную воронку № 2 ополаскивают диэтиловым эфиром, который сливают в делительную воронку № 1.

Эфирные вытяжки жирных кислот трижды промывают в делительной воронке № 1 раствором хлористого натрия (по 30 см^3 раствора) до нейтральной реакции промывной воды по метиловому оранжевому. Затем эфирные вытяжки фильтруют в колбу, предварительно высушенную до постоянной массы, поместив на фильтр около 5 г прокаленного сернокислого натрия. Делительную воронку № 1 ополаскивают диэтиловым эфиром. Фильтр с осадком также промывают диэтиловым эфиром. При слабом нагревании на водяной бане (40 °С — 45 °С) из колбы отгоняют почти весь эфир и растворяют остаток в колбе в 30—40 см^3 нейтрализованного этилового спирта. Спиртовой раствор жирных кислот титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии двух-трех капель фенолфталеина до розовой окраски и отгоняют спирт на кипящей водяной бане.

Колбу с остатком высушивают в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре (120 ± 3) °С, после чего охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Последующие взвешивания проводят через каждый час высушивания.

Массу считают постоянной, если разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,0020 г. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Массовую долю жирных кислот X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - V \cdot K \cdot 0{,}011) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса остатка в колбе после высушивания, г;

V — объем спиртового раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к титру раствора гидроокиси натрия номинальной концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3;

0,011 — разность между атомными массами натрия и водорода, эквивалентная 1 см^3 спиртового раствора гидроокиси натрия концентрации c (NaOH) = 0,5 моль/дм^3, г/см^3;

100 — коэффициент для выражения результата испытания в процентах;

m — масса навески мыла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления проводят до первого десятичного знака. Результат округляют до целого числа.

7.4.2 Качественное число Kч, г, вычисляют по формуле

$$K\text{ч} = \frac{X \cdot m}{m_1}, \quad (2)$$

где X — масса жирных кислот в 100 г мыла (численно равна массовой доле жирных кислот, вычисленной по 7.4.1), г;

m — фактическая масса куска, г;

m_1 — номинальная масса куска, г.

7.5 Метрологические характеристики метода

7.5.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов повторяемости r, равные 0,5 % для туалетного мыла и 0,8 % — для хозяйственного мыла.

7.5.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов воспроизводимости R, равные 1 % для туалетного и 1,5 % — для хозяйственного мыла.

7.6 Для текущего производственного контроля с целью вычисления качественного числа мыла допускается определять массовую долю жирных кислот методом по ГОСТ 31692—2012 (подраздел 6.5).

7.7 Допускается определять содержание жирных кислот по ГОСТ ISO 685.

8 Определение массовой доли свободной едкой щелочи

8.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Колбы Кн-1—250—29/32, Кн-2—250—40 по ГОСТ 25336.

Холодильники обратные трубчатые длиной 1 м.

Цилиндры 1(3)—25(100)—1 по ГОСТ 1770.

Бюретки I—1(3)—2—5—0,02, 1—1(3)—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 18300, раствор с объемной долей 60 %, нейтрализованный раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей 10 %, нейтрализованный раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

8.2 Проведение испытания

Взвешивают в колбе (5,0 ± 0,5) г мыла с записью результата до третьего десятичного знака и приливают 100 см^3 нейтрализованного этилового спирта.

Колбу соединяют с обратным холодильником, нагревают на водяной бане до растворения мыла, затем в горячий раствор добавляют 25 см^3 нейтрализованного раствора хлористого бария.

Не отфильтровывая выпавший осадок, горячий раствор титруют при интенсивном взбалтывании раствором соляной кислоты в присутствии двух-трех капель фенолфталеина до исчезновения окраски.

При испытании окрашенного мыла выполняют титрование контрольной пробы для сравнения цвета растворов при титровании.

Контрольную пробу готовят так же, как основную, но после осаждения мыла хлористым барием в колбу с контрольной пробой не добавляют фенолфталеин. Титрование основной пробы заканчивают при достижении цвета, совпадающего с цветом контрольной пробы.

8.3 Обработка результатов

Массовую долю свободной едкой щелочи X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}004 \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к титру раствора соляной кислоты номинальной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3;

0,004 — масса едкой щелочи, эквивалентная 1 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$, $г/см^3$;

100 — коэффициент для выражения результата испытания в процентах;

m — масса навески мыла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

8.4 Метрологические характеристики метода

8.4.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов повторяемости r, %, указанные в таблице 1.

8.4.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов воспроизводимости R, %, указанные в таблице 1.

Таблица 1 В процентах

Массовая доля свободной едкой щелочи	Границы абсолютной погрешности ± Δ	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 0,05	0,015	0,010	0,020
Св. 0,05 до 0,15	0,04	0,03	0,06
Св. 0,15	0,07	0,05	0,10

9 Определение массовой доли свободного углекислого натрия и свободной углекислой соды

9.1 Границы абсолютной погрешности метода ± Δ = 0,07 %.

9.2 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Колбы Кн-1—250—29/32, Кн-2—250—40 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—100—1 по ГОСТ 1770.

Холодильник обратный трубчатый длиной 1 м.

Бюретки I—1(3)—2—5—0,02, 1—1(3)—2—10—0,05, 1—1(3)—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Баня водяная.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 18300, раствор с объемной долей 65 %, нейтрализованный раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

9.3 Проведение испытания

В колбе взвешивают (5,0 ± 0,5) г мыла с записью результата до третьего десятичного знака, приливают 75 $см^3$ нейтрализованного этилового спирта. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают до растворения мыла.

Охлажденный до комнатной температуры раствор титруют раствором соляной кислоты в присутствии двух-трех капель фенолфталеина до исчезновения окраски.

При испытании окрашенного мыла выполняют титрование контрольной пробы для установления конца титрования. Контрольную пробу готовят так же, как основную, но без добавления фенолфталеина. Титрование основной пробы заканчивают при достижении цвета, совпадающего с цветом контрольной пробы.

9.4 Обработка результатов

9.4.1 Массовую долю свободного углекислого натрия X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \left(\frac{V \cdot K \cdot 0{,}004 \cdot 100}{m} - X_1\right) \cdot 2{,}65, \tag{4}$$

где V — объем раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к титру раствора соляной кислоты номинальной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3;

0,004 — масса едкой щелочи, эквивалентная 1 см^3 раствора соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

100 — коэффициент для выражения результата испытания в процентах;

m — масса навески мыла, г;

X_1 — массовая доля свободной едкой щелочи, вычисленная по 8.3;

2,65 — коэффициент пересчета едкой щелочи на углекислый натрий.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

9.4.2 Массовую долю свободного углекислого натрия в мыле в пересчете на номинальную массу куска, X_2', %, вычисляют по формуле

$$X_2' = \frac{X_2 \cdot m}{m_1}, \tag{5}$$

где X_2 — массовая доля свободного углекислого натрия, %;

m — фактическая масса куска мыла, г;

m_1 — номинальная масса куска мыла, г.

9.4.3 Массовую долю свободной углекислой соды, X_2'', %, в пересчете на Na_2O вычисляют по формуле

$$X_2'' = 0{,}775 \cdot X_1 + 0{,}590 \cdot X_2, \tag{6}$$

где 0,775 — коэффициент пересчета гидроокиси натрия на Na_2O;

X_1 — массовая доля свободной едкой щелочи, вычисленная по 8.3, %;

0,590 — коэффициент пересчета углекислого натрия на Na_2O;

X_2 — массовая доля свободного углекислого натрия, вычисленная по 9.4.1, %.

9.5 Метрологические характеристики метода

9.5.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела повторяемости r, равное 0,05 %.

9.5.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного

оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела воспроизводимости R, равное 0,1 %.

10 Измерение температуры застывания жирных кислот, выделенных из мыла

10.1 Границы абсолютной погрешности метода ± Δ = 0,6 °С.

10.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 10 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Чашка выпарительная 7(8) по ГОСТ 9147.

Сифон стеклянный.

Цилиндр 1—500—2 по ГОСТ 1770.

Воронки, тип В по ГОСТ 25336.

Стаканы В(Н)-1—250(400,600) ТС по ГОСТ 25336.

Прибор Жукова в соответствии с приложением Б.

Термометр ТН5 по ГОСТ 400 с ценой деления 0,2 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Секундомер.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 30 %.

Метиловый оранжевый, водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

10.3 Подготовка к испытанию

10.3.1 40—50 г стружки мыла (с общим содержанием жирных кислот не менее 30 г) растворяют в 300—400 см^3 горячей воды в выпарительной чашке или стакане. Далее мыло разлагают серной кислотой в присутствии метилового оранжевого, осторожно при перемешивании приливая в мыльный раствор кислоту до появления неисчезающей розовой окраски водного слоя. Раствор нагревают до тех пор, пока жирные кислоты не всплывут наверх в виде прозрачного слоя.

10.3.2 Жирные кислоты промывают одним из следующих способов.

а) Первый способ

Кислый водный слой сливают при помощи сифона, а жирные кислоты промывают несколько раз горячей водой (температура воды примерно на 10 °С выше предполагаемого титра мыла) до нейтральной реакции промывных вод по метиловому оранжевому.

б) Второй способ

Чашку или стакан охлаждают в емкости с холодной водой до затвердевания жирных кислот в виде лепешки. Кислый водный слой сливают. Лепешку промывают горячей водой (температура которой примерно на 10 °С выше предполагаемого титра мыла), перемешивают и вновь охлаждают. Процедуру промывания и охлаждения производят несколько раз до нейтральной реакции промывных вод по метиловому оранжевому.

10.3.3 После того, как жирные кислоты промыты, их охлаждают и с образовавшейся лепешки удаляют влагу фильтровальной бумагой.

Затем эти кислоты переносят в сухой стакан и помещают в сушильный шкаф, температура в котором должна превышать предполагаемую температуру застывания на 10 °С — 15 °С. После расплавления жирные кислоты фильтруют в сушильном шкафу через двойной складчатый фильтр в другой стакан.

10.4 Проведение испытания

Прибор Жукова наполняют жирными кислотами в сушильном шкафу с таким расчетом, чтобы уровень жирных кислот не достигал шейки прибора на 1,5—2,0 см. Затем прибор вынимают из шкафа и закрывают пробкой, через которую проходит термометр. Шарик термометра должен находиться в центре массы жирных кислот.

Прибор берут в руки так, чтобы основание его опиралось на большой палец, а указательным и средним пальцем прижимают пробку. Прибор плавно перевертывают несколько раз до появления хорошо выраженного помутнения, а затем ставят на стол и записывают изменения температуры через каждые 30 с.

Температурой застывания жирных кислот считают ту, при которой задерживается падение ртутного столбика термометра. Если в процессе падения ртутного столбика будет наблюдаться не только задержка, но и некоторое его повышение, то температурой застывания жирных кислот считают максимальную температуру подъема. Измерение повторяют с новой навеской мыла.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат записывают до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

10.5 Метрологические характеристики метода

10.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух измерений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела повторяемости r, равное 0,4 °С.

10.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух измерений, выполненных, одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела воспроизводимости R, равное 0,8 °С.

11 Определение массовой доли примесей, нерастворимых в воде

11.1 Границы абсолютной погрешности метода ± Δ = 0,14 %.

11.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Колбы Кн-1—250—29/32, Кн-2—250—40 по ГОСТ 25336.

Воронки В-75—110(140), В-100—150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—100—1(2) по ГОСТ 1770.

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим погрешность поддержания температуры не более 3 °С.

Холодильник обратный трубчатый длиной 1 м.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бюксы металлические.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый обезвоженный чистый.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 18300, раствор объемной долей 60 %.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %.

11.3 Проведение испытания

В колбе взвешивают 5—7 г мыла с записью результата до третьего десятичного знака и нагревают с 80—100 см^3 этилового спирта до полного растворения мыла на кипящей водяной бане с использованием обратного холодильника. Горячий раствор фильтруют через фильтр, предварительно высушенный до постоянной массы при температуре (103 ± 3) °С.

Осадок на фильтре промывают горячим этиловым спиртом до полного удаления мыла (проба с соляной кислотой на отсутствие помутнения). Затем осадок промывают доведенной до кипения водой до полного отмывания углекислого натрия (промывные воды при добавлении фенолфталеина не должны окрашиваться).

Фильтр с промытым осадком помещают в бюкс. Открытый бюкс с фильтром высушивают в сушильном шкафу в течение 1 ч при температуре (103 ± 3) °С, после чего его закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин и взвешивают, записывая результат до четвертого десятичного знака.

Последующие взвешивания проводят через каждые 30 мин высушивания.

Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,002 г. При увеличении массы берут данные предыдущего взвешивания.

11.4 Обработка результатов

11.4.1 Массовую долю примесей, нерастворимых в воде, X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \tag{7}$$

где m_1 — масса осадка на фильтре, г;

100 — коэффициент для выражения результата испытания в процентах;

m — масса навески мыла, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

11.4.2 Массовую долю примесей, нерастворимых в воде, в пересчете на номинальную массу куска мыла X_3', %, вычисляют по формуле

$$X_3' = \frac{X_3 \cdot m}{m_1}, \tag{8}$$

где X_3 — массовая доля примесей, нерастворимых в воде, %;

m — фактическая масса куска мыла, г;

m_1 — номинальная масса куска мыла, г.

11.5 Метрологические характеристики метода

11.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела повторяемости r, равное 0,1 %.

11.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела воспроизводимости R, равное 0,2 %.

12 Определение массовой доли хлористого натрия

12.1 Средства измерений, посуда, реактивы, материалы

Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Стакан В(Н)-1—400(600) ТХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные, длина которых соответствует высоте стаканов.

Цилиндры 1(3)—25(50,100)—1(2); 1—500—2 по ГОСТ 1770.

Воронки В-75—110(140), В-100—150 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1—1000—29/32, Кн-2—1000—40 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка I—1—2—5—0,02; I—1—2—10—0,05; I—1(3)—2—25—0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1(2)—1—1(2)—5(10) по ГОСТ 29227.
Баня водяная.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 1 моль/дм^3.
Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3.
Магний нитрат (азотнокислый) по ГОСТ 11088, раствор с массовой долей 20 %.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530.
Калий хромовокислый по ГОСТ 4459.

12.2 Подготовка к испытанию

Для приготовления индикатора 5 г хромовокислого калия растворяют в 30 см^3 дистиллированной воды, добавляют раствор азотнокислого серебра до образования осадка светло-красного цвета, затем осадок отфильтровывают и фильтрат разбавляют дистиллированной водой до 100 см^3.

12.3 Проведение испытания

Взвешивают в стакане (5,0 ± 0,5) г мыла с записью результата до третьего десятичного знака, добавляют 300 см^3 дистиллированной воды и нагревают почти до кипения.

Охлаждают содержимое стакана до температуры 70 °С — 80 °С, приливают избыток раствора азотнокислого магния (25 см^3) для перевода в нерастворимое мыло, перемешивают палочкой, дают отстояться и фильтруют в коническую колбу. Осадок на фильтре тщательно промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром — отсутствие помутнения).

Фильтрат в колбе охлаждают до комнатной температуры и нейтрализуют в присутствии фенолфталеина раствором серной кислоты. Избыток кислоты не должен превышать одной капли. Затем на каждые 100 см^3 раствора прибавляют с помощью пипетки 1 см^3 индикатора и титруют раствором азотнокислого серебра до появления устойчивой в течение 20 с красноватой окраски.

Одновременно проводят контрольное определение. Для этого в колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 300 см^3 дистиллированной воды, 25 см^3 раствора азотнокислого магния, добавляют воду в том же объеме, который был использован для промывания осадка, и фенолфталеин, затем добавляют при перемешивании палочкой небольшое количество (на кончике шпателя) углекислого кальция до появления помутнения, аналогичного появляющемуся при титровании основной пробы, и титруют раствором азотнокислого серебра до получения той же окраски, что и при основном определении.

12.4 Обработка результатов

Массовую долю хлористого натрия X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}005845}{m} \cdot 100, \qquad (9)$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование испытуемой пробы, см^3;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

K — коэффициент поправки к титру раствора азотнокислого серебра номинальной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3;

0,005845 — масса хлористого натрия, эквивалентная 1 см^3 раствора азотнокислого серебра концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3, г/см^3;

m — масса навески, г;

100 — коэффициент для выражения результата испытания в процентах.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Вычисления проводят до второго десятичного знака. Результат округляют до первого десятичного знака.

12.5 Метрологические характеристики метода

12.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов повторяемости r, %, указанные в таблице 2.

12.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов воспроизводимости R, %, указанные в таблице 2.

Таблица 2 В процентах

Массовая доля хлористого натрия	Границы абсолютной погрешности ± Δ	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R
До 0,4	0,06	0,04	0,08
Св. 0,4 до 0,5	0,07	0,05	0,10
Св. 0,5	0,10	0,07	0,15

12.6 Допускается определять массовую долю хлоридов по ГОСТ ISO 4323.

Приложение А
(справочное)

Определение массовой доли неомыляемых органических веществ и неомыленного жира, йодного числа жирных кислот, выделенных из мыла, измерение первоначального объема пены

А.1 Определение массовой доли неомыляемых органических веществ и неомыленного жира

А.1.1 Границы абсолютной погрешности метода ± Δ = 0,03 %.

А.1.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, посуда и материалы

Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.

Воронки ВД-1(2)—500 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-75—110(140), В-100—150 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1—250—29/32 по ГОСТ 25336.

Пробирки типа П1 или П2 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—50(100)—1(2) по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Баня водяная.

Эксикатор 2—190(250) по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 18300, растворы с объемными долями 60 % и 96 %.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, свежепрокаленный.

Кальций хлористый обезвоженный чистый.

Эфир петролейный, фракция, кипящая в пределах 35 °С — 50 °С.

А.1.3 Проведение испытания

В колбе взвешивают 10—15 г испытуемого мыла с записью результата до третьего десятичного знака, растворяют в 75—100 см^3 этилового спирта с объемной долей 60 % при нагревании на водяной бане, затем раствор помещают в делительную воронку № 1, колбу ополаскивают этиловым спиртом с объемной долей 60 %, сливая его в ту же воронку.

Раствор в делительной воронке сильно встряхивают вместе с 50 см^3 петролейного эфира, дают ему отстояться, нижний слой сливают в воронку № 2, где его вновь обрабатывают 50 см^3 петролейного эфира. После отстаивания нижний слой удаляют, а эфирную вытяжку сливают в делительную воронку № 1. Эмульсии, получающиеся иногда при обработке раствора мыла эфиром, разрушают прибавлением 1—3 см^3 этилового спирта с объемной долей не менее 96 %. Соединенные эфирные вытяжки промывают в делительной воронке № 1 этиловым спиртом с объемной долей 60 % при легком встряхивании до полного удаления остатков мыла (промывная жидкость, разбавленная вдвое водой, не должна окрашиваться в присутствии фенолфталеина). Эфирный раствор фильтруют во взвешенную колбу через бумажный фильтр, на который помещают около 5 г безводного сернокислого натрия. Фильтр и находящийся на нем сернокислый натрий промывают петролейным эфиром. Петролейный эфир отгоняют на водяной бане и остаток в колбе высушивают в шкафу при температуре 73 °С — 75 °С в течение 15 мин. Колбу с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Процедуру повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,002 г.

А.1.4 Обработка результатов

Массовую долю неомыляемых органических веществ и неомыленного жира X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot X}, \qquad (А.1)$$

где m_1 — масса остатка в колбе после высушивания, г;

100 — коэффициент для перевода массовой доли (%) в массу (г);

100 — коэффициент для выражения результата испытания в процентах;

m — масса навески мыла, г;

X — массовая доля жирных кислот, вычисленная по 7.4.1, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до второго десятичного знака.

А.1.5 Метрологические характеристики метода

А.1.5.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела повторяемости r, равное 0,02 %.

А.1.5.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютное значение предела воспроизводимости R, равное 0,04 %.

А.2 Определение йодного числа жирных кислот, выделенных из мыла (метод Кауфмана)

Жирные кислоты выделяют по 10.3.

Определение йодного числа проводят по ГОСТ 5475—69 (подразделы 2.1, 2.2, 2.4) со следующим дополнением:

«**2.3 Проведение испытания**

В колбе вместимостью 500 см^3 с притертой пробкой взвешивают 0,3—0,5 г жирных кислот с записью результата до третьего десятичного знака. Жирные кислоты должны быть предварительно хорошо перемешаны. К навеске прибавляют 10 см^3 хлороформа и легким вращением колбы растворяют жирные кислоты.

С помощью бюретки наливают 20 см^3 раствора бромистого натрия и брома в метиловом спирте, при этом в колбе часть бромистого натрия в виде осадка выделяется из раствора.

Содержимое колбы перемешивают и колбу ставят в темное место при температуре 20 °С на 30 мин.

Далее в колбу приливают 15 см^3 раствора йодистого калия и титруют раствором серноватистокислого натрия до светло-желтой окраски. Затем добавляют в качестве индикатора 1 см^3 водного раствора крахмала, при этом раствор окрашивается в синий цвет. Титрование продолжают до полного исчезновения окраски.

Одновременно в тех же условиях и с теми же растворами проводят контрольный опыт без навески жирных кислот».

А.3 Измерение первоначального объема пены

А.3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, посуда и материалы

Прибор ВНИИЖ для определения пенообразующей способности мыла (см. рисунок А.1).

Воронка ВД-1-1000 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-1—250—29/32, Кн-2—250—40 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(3)—100(500) по ГОСТ 1770.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в интервале 0 °С —100 °С, с ценой деления 1 °С.

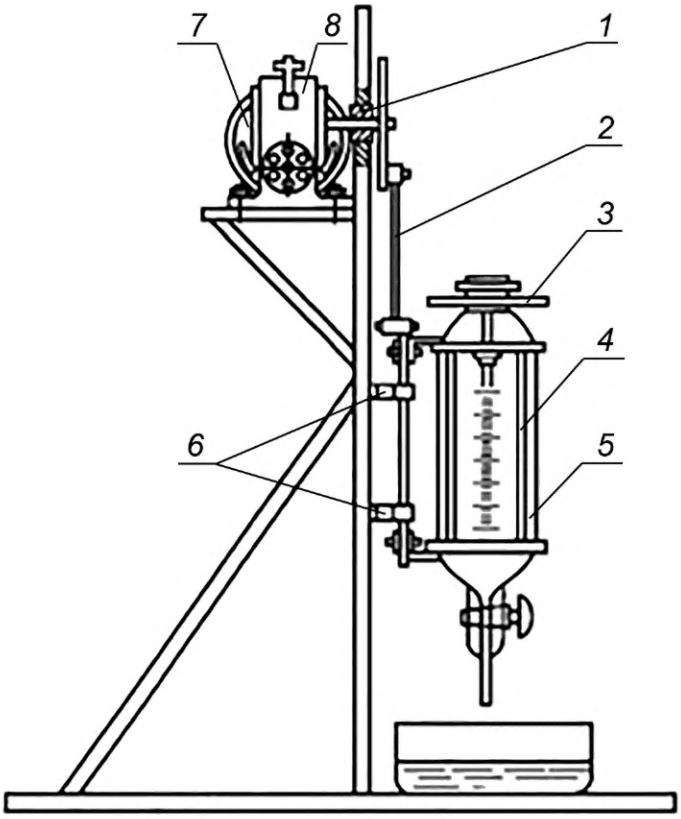
Секундомер.

Плитка электрическая бытовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый обезвоженный.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523.



1 — маховик; *2* — шатун; *3* — зажимное кольцо; *4* — гнездо для делительной воронки; *5* — делительная воронка; *6* — направляющие планки; *7* — электродвигатель; *8* — редуктор

Рисунок А.1 — Прибор ВНИИЖ для определения пенообразующей способности мыла

А.3.2 Подготовка к испытанию

Воду с жесткостью 5,35 мг-экв/дм^3 готовят следующим образом: 0,194 г хлористого кальция и 0,219 г сернокислого магния растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды.

Затем готовят мыльный раствор с массовой долей 0,5 % жирных кислот. Для этого пробу мыла, содержащую 1,5 г жирных кислот, растворяют в нагретой до температуры 80 °С жесткой воде, охлаждают и доводят жесткой водой до объема 300 см^3.

Раствор туалетного мыла должен иметь температуру 20 °С, раствор хозяйственного мыла — 50 °С (от соприкосновения со стенками воронки раствор охлаждается на 5 °С).

А.3.3 Проведение испытания

100 см^3 испытуемого мыльного раствора наливают в воронку прибора, закрывают ее пробкой и встряхивают в течение 1 мин (около 180 встряхиваний). Затем быстро вынимают пробку и сразу измеряют объем пены в делительной воронке и ее конусной части.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, проводимых каждый раз с новой порцией мыльного раствора.

А.3.4 Метрологические характеристики метода

А.3.4.1 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между максимальным и минимальным результатами трех единичных измерений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием одного оборудования, за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов повторяемости r, см^3, указанные в таблице А.1.

А.3.4.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между средними значениями результатов измерений, выполненных одним методом, на идентичных испытуемых пробах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать абсолютные значения пределов воспроизводимости R, см^3, указанные в таблице А.1.

Таблица А.1

В см^3

Первоначальный объем пены	Границы абсолютной погрешности ± Δ	Предел повторяемости *r*	Предел воспроизводимости *R*
До 300	30	21	42
Св. 300 до 320	31	22	44
Св. 320 до 350	34	24	48

Приложение Б
(обязательное)

Прибор Жукова

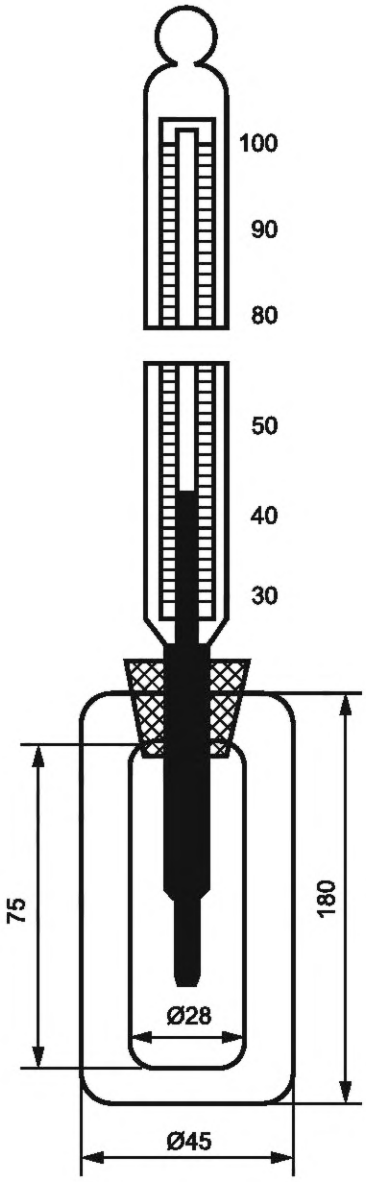


Рисунок Б.1 — Прибор Жукова для определения температуры застывания

УДК 543.06:006.354 МКС 71.100.70

Ключевые слова: мыло хозяйственное, мыло туалетное, правила приемки, методы испытаний, обработка результатов, метрологические характеристики

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 14.07.2023. Подписано в печать 19.07.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

МКС 71.100.70

Поправка к ГОСТ 790—2023 Мыло хозяйственное твердое и мыло туалетное твердое. Правила приемки и методы испытаний

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подраздел 7.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг и 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г. Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 8.1, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 9.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 10.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 10 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,01 г.
Подраздел 11.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 0,1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г. Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Подраздел 12.1, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.
Пункт А.1.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия II класса точности с действительной ценой деления 1 мг по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) или высокого (II) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,001 г.

(ИУС № 6 2024 г.)

МКС 71.100.70

Поправка к ГОСТ 790—2023 Мыло хозяйственное твердое и мыло туалетное твердое. Правила приемки и методы испытаний

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 12.3. Четвертый абзац	аналогичного появляющемуся при титровании основной пробы, и титруют раствором азотнокислого серебра до получения той же окраски, что и при основном определении.	аналогичного появляющемуся при титровании основной пробы, индикатор калия хромовокислого в том же объеме, который был использован при основном определении, и титруют раствором азотнокислого серебра до получения той же окраски, что и при основном определении.

(ИУС № 6 2026 г.)