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

СЫРЬЕ ТЕМНООКРАШЕННОЕ ДЛЯ ПАВ

Метод определения кислотного числа

ГОСТ 26028—83

Dark-coloured raw material for surfactants. Method of determination of an acid value

МКС 75.080
ОКСТУ 2431

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 декабря 1983 г. № 6728 дата введения установлена

01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает метод определения кислотного числа в кубовом остатке синтетических жирных кислот (СЖК), образующемся при их производстве.

Сущность метода заключается в потенциометрическом титровании пробы спиртовым раствором гидроокиси калия в хлороформе. По кривым потенциометрического титрования устанавливают точку эквивалентности, соответствующую полной нейтрализации кислот и карбоксилсодержащих соединений.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—85.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80* класса точности 2 или аналогичного типа.

pH-метр типа 340 и 121, манометр универсальный ЭВ-74 или другой аналогичной конструкции со стеклянным и хлорсеребряным электродами.

Мешалка магнитная ММЗМ или другого типа.

Стакан химический по ГОСТ 23932—90 вместимостью 100 $см^3$.

Бюретка по НТД, вместимостью 25 $см^3$.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50 $см^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а., спиртовый раствор 0,1 моль/$дм^3$.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88 или фармакопейный.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовку pH-метра к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Электроды выдерживают в дистиллированной воде не менее 5 мин, вынимают из воды, обезвоживают, для чего опускают электроды в стакан со спиртом, вынимают и протирают фильтровальной бумагой.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

gost.e-ecolog.ru

3.2. Определяют массу анализируемого продукта около 1 г в стакане для титрования с погрешностью не более 0,0002 г. Необходимое условие при выборе массы продукта — объем титранта должен быть в пределах 7—100 см^3.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. В стакан с анализируемым продуктом приливают 30 см^3 хлороформа в два-три приема при периодическом перемешивании смеси до полного растворения продукта.

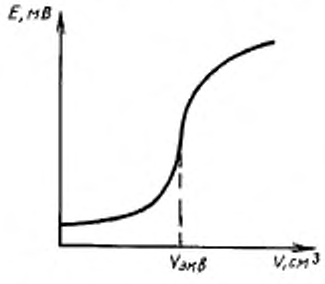
Стакан помещают на титровальный столик, опускают в раствор электроды и мешалку для перемешивания раствора.

4.2. Включают мешалку и титруют анализируемый продукт спиртовым раствором гидроокиси калия. Раствор гидроокиси добавляют по 0,2—0,1 см^3, каждый раз тщательно перемешивают испытуемый раствор и регистрируют показания прибора (потенциал в милливольтах). По полученным результатам строят график зависимости потенциала от объема добавленной гидроокиси калия.

4.3. После каждого определения электроды промывают хлороформом, а после титрования электроды, промытые спиртом и водой, опускают в стакан с дистиллированной водой.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Эквивалентный объем раствора гидроокиси калия 0,1 моль/дм^3 ($V_{экв}$) в см^3, израсходованный на титрование навески анализируемого продукта, определяют графически, как показано на чертеже.



5.2. Кислотное число (X) в мг KOH/г вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_{экв} \cdot T}{m},$$

где $V_{экв}$ — объем 0,1 моль/дм^3 раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр раствора гидроокиси калия 0,1 моль/дм^3, мг/см^3;

m — масса продукта, г.

5.3. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух последовательных определений.

Значения показателей точности метода (при 95 %-ной доверительной вероятности) приведены в таблице оценок точности метода.

Кислотное число, мг KOH/г	Сходимость, мг KOH/г	Воспроизводимость, мг KOH/г
До 70	3	5
От 70 до 100 включ.	4	6
Св. 100	5	7

Два результата испытания, полученные последовательно одним лаборантом, признаются достоверными (сходимость), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице.

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (воспроизводимость), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице.

gost.e-ecolog.ru