22386-77

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ И СПИРТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 22386–77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским и проектным институтом поверхностно-активных веществ (ВНИИ ПАВ)

Зам. директора **В. И. Бавика**
Руководитель темы **Л. В. Макарова**
Исполнитель **В. И. Бабаев**

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Зам. министра **В. М. Соболев**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ Всесоюзным научно-исследовательским институтом стандартизации (ВНИИС)

Директор **А. В. Гличев**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 марта 1977 г. № 593

УДК 665.12:543.852.1:006.354+661.725:543.852.1:006.354 Группа Б09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ И СПИРТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Метод определения кислотного числа

ГОСТ 22386—77

Synthetic fatty acids and alcohols
Method for determination of acid value

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 марта 1977 г. № 593 срок действия установлен

с 01.01.1978 г.
до 01.01.1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на синтетические жирные кислоты и спирты фракции от C_5 до C_{25}, кубовый остаток производства синтетических жирных кислот (СЖК) и устанавливает метод определения кислотного числа.

Сущность метода заключается в нейтрализации свободных жирных кислот спиртовым раствором едкого кали в присутствии фенолфталеина.

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения кислотного числа применяют:

весы аналитические по ГОСТ 19491—74, типа ВЛА-200, класса точности 2 или другие весы с таким же классом точности;

баню водяную;

шкаф сушильный с терморегулятором;

колбы конические по ГОСТ 10394—72, типа КнКШ или КН, вместимостью 250 мл;

холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 9499—70, типа ХШ или обратный воздушный диаметром около 10 мм, длиной не менее 1100 мм;

цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—74, исполнение 1, вместимостью 25 мл;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1977

бюретку по ГОСТ 20292—74, исполнение 6 или 7, вместимостью 5 или 10 мл;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт, нейтральный;

калия гидрат окиси (кали едкое), х. ч. или ч.д.а., 0,1 и 0,5 н. спиртовые растворы;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

бензол нефтяной для синтеза по ГОСТ 5.960—71;

эфир петролейный по ГОСТ 11992—66, фракции 70—100°С;

силикагель по ГОСТ 3956—76, марки МСМ или МСК;

натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—66.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Удаление влаги из кислот фракций C_5—C_6 и C_7—C_9.

Для удаления влаги кислоты фракций C_5—C_6 и C_7—C_9 пропускают через слой свежепрокаленного осушителя (сернокислого натрия или силикагеля), помещенного в стеклянную трубку, суживающуюся внизу, диаметром около 10 мм и высотой 150 мм, конец трубки заполняют ватой. Осушитель и кислоты берут в объеме 1:1 или 1:2. Осушитель предварительно прокаливают в сушильном шкафу при температуре 250—350°С в течение 2—3 ч и охлаждают в эксикаторе.

Остальные фракции кислот и спирты не требуют осушки.

2.2. Приготовление раствора едкого кали

Для приготовления 0,5 н. раствора едкого кали навеску массой 30—35 г (для 0,1 н. раствора — 6—7 г) растворяют в очищенном этиловом спирте, дают стоять 2—3 сут, затем декантируют в склянку из темного стекла.

Этиловый спирт очищают путем кипячения с едким кали в течение 30 мин в колбе с обратным холодильником. На 1 л спирта берут 5—10 г едкого кали. Затем перегоняют спирт над едким кали.

Титр раствора устанавливают титрованием 20 мл раствора 0,1 н. или 0,5 н. соляной кислотой, приготовленной из фиксанала.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемого продукта, взятого с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 250 мл.

Количество анализируемого продукта берут по таблице в зависимости от его фракционного состава.

Наименование продукта	Масса продукта, г
Кислоты фракции C_5—C_6, C_7—C_9	От 0,3 до 0,5 включ.
C_{10}—C_{16}	Св. 0,5 » 0,8 »
C_{17}—C_{20}	» 0,8 » 1,0 »
C_{21}—C_{25} и кубовый остаток СЖК	Св. 1,0
Спирты различных фракций	20

Навеску кислот растворяют в 20 мл (спиртов в 30 мл) нейтрального этилового спирта. Спирт нейтрализуют 0,1 н. спиртовым раствором едкого кали до слабо-розовой окраски по фенолфталеину. Кубовый остаток СЖК растворяют в 40 мл смеси этилового спирта с бензолом или петролейным эфиром в объеме 1:1.

Для полного растворения кислот фракций от C_{10} до C_{25}, кубового остатка СЖК и спиртов фракции C_{18}—C_{20} их нагревают на водяной бане с обратным холодильником.

К раствору анализируемого продукта добавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют кислоты и кубовый остаток СЖК 0,5 н., а спирты 0,1 н. — спиртовым раствором едкого кали до образования слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. Кислоты фракции от C_{10} до C_{25}, кубовый остаток СЖК и спирты фракции C_{18}—C_{20} титруют в горячем состоянии при температуре 40—70°С.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Кислотное число (X) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T}{m},$$

где V — объем раствора едкого кали, израсходованный на титрование, мл;

T — титр раствора едкого кали, мг/мл;

m — масса навески продукта, г.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать: 2 г КОН/г для кислот фракции от C_5 до C_{10} и кубового остатка СЖК, 1 мг КОН/г — для остальных фракций кислот и 0,05 мг КОН/г — для спиртов.

Группа Б09

Изменение № 1 ГОСТ 22386—77 Кислоты и спирты жирные синтетические. Метод определения кислотного числа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.03.82 № 1269 срок введения установлен

с 01.01.83

На обложке и первой странице обозначение стандарта дополнить обозначением: **(СТ СЭВ 2535—80)**.

По всему тексту стандарта заменить слова и единицы измерения: «едкое кали» на «гидроокись калия», «навеска» на «масса», мл на $см^3$, н на моль/$дм^3$.

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции, дополнить абзацем:

«Сущность метода заключается в титровании спиртового раствора испытуемого продукта спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии фенолфталеина.

Настоящий стандарт в части спиртов полностью соответствует СТ СЭВ 2535—80».

Пункт 1.1. Второй абзац изложить в новой редакции:

«весы аналитические класса точности 2»;

заменить слова и ссылки: «вместимостью 25 мл» на «вместимостью 25 или 50 $см^3$»; «марки МСМ или МСК» на «марки МСМК или МСКГ»; ГОСТ 3.960—71 на ГОСТ 9572—77, ГОСТ 4166—66 на ГОСТ 4166—76;

восьмой абзац изложить в новой редакции:

«бюретки 1—2—25 или 1—2—50 и 6—2—5 или 7—2—10 по ГОСТ 20292—74»;

десятый абзац изложить в новой редакции:

«калия гидроокись, ч. д. а., по ГОСТ 24363—80, растворы 0,1 и 0,5 моль/$дм^3$».

Пункт 2.2. Последний абзац. Заменить слово: «Титр» на «Концентрация».

Пункт 3.1. Таблица. Графа «Масса продукта, г». Заменить значение: 20 на 8—10;

второй абзац. Исключить слова: «(спиртов в 30 мл)»;

(Продолжение см. стр. 48)

последний абзац. Заменить значение: 30 с на 1 мин.

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1. Кислотное число (X) в мг КОН/г испытуемого продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 5{,}61}{m}$$

или

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 28{,}05}{m},$$

где V — объем спиртового раствора гидроокиси калия 0,1 или 0,5 моль/дм³ израсходованный на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент спиртового раствора гидроокиси калия 0,1 или 0,5 моль/дм³;

m — масса продукта, г;

5,61 — количество гидроокиси калия, соответствующее 1 см³ спиртового раствора гидроокиси калия 0,1 моль/дм³;

28,05 — количество гидроокиси калия, соответствующее 1 см³ спиртового раствора гидроокиси калия 0,5 моль/дм³».

Пункт 4.2. Заменить значение: 2 г КОН/г на 2 мг КОН/г.

(ИУС № 6 1982 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 22386—77 Кислоты и спирты жирные синтетические. Метод определения кислотного числа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.06.87 № 1931

Дата введения 01.01.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409

Пункт 1.1. Пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции: «колба Кн-1—250—29/32 ТС или Кн-2-250—40 ТХС по ГОСТ 25336—82 или другого типа с аналогичными параметрами;

(Продолжение см. с. 60)

холодильник ХШ-1—200—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82»;
исключить слова: «по ГОСТ 11992—66».

(ИУС № 9 1987 г.)

Редактор *Е. И. Глазкова*
Технический редактор *Л. Я. Митрофанова*
Корректор *М. А. Онопченко*

Сдано в набор 17.03.77 Подп. в печ 24.06.77 0,375 п. л 0,21 уч. изд. л. Тир. 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 807

gost.e-ecolog.ru