МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЙОДНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 634.0.86:543.852.44:006.354 Группа Л49

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

Метод определения йодного числа

ГОСТ 17823.2—72

Wood chemical products.
Method for the determination of iodine number

МКС 71.100.99
ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.73

Настоящий стандарт распространяется на лесохимические продукты и устанавливает метод определения йодного числа талловых жирных кислот (ТЖК) и других лесохимических продуктов.

Йодное число показывает массу граммов йода, эквивалентную галогену, присоединившемуся к 100 г анализируемого продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы для анализа отбирают по ГОСТ 29269.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для определения йодного числа применяют:

весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г;

термометр ртутный стеклянный лабораторный с ценой деления 1 °С, обеспечивающий измерение температуры от 0 до 100 °С;

бюретки вместимостью 25 или 50 $см^3$;

колбы типа Кн по ГОСТ 25336 исполнения 1 вместимостью 250 или 500 $см^3$;

колбы мерные по ГОСТ 1770 исполнения 2 вместимостью 100 и 1000 $см^3$;

пипетку вместимостью 25 $см^3$;

цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 10 и 100 $см^3$;

фильтры обеззоленные «белая» или «черная лента»;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

калий бромистый по ГОСТ 4160;

калий бромноватистокислый по ГОСТ 4457;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220 или его стандарт нормадозы, раствор молярной концентрации c 1/6 ($K_2Cr_2O_7$) = 0,1 моль/$дм^3$;

калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 20 %;

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 30 %;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© ИПК Издательство стандартов, 2003

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068 или его стандарты нормадозы, раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 и раствор молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,01 моль/дм^3;

натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84;

углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

2.2. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. **Приготовление растворов бромид-броматной смеси**

3.1.1. Навеску (2,784±0,005) г бромноватокислого калия растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3, добавляют (18,0±0,1) г бромистого калия и доводят объем раствора водой до метки.

3.1.2. При анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, раствор бромид-броматной смеси готовят следующим образом: (5,568±0,005) г бромноватокислого калия растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, добавляют (36,0±0,1) г бромистого калия и доводят объем раствора водой до метки.

Если раствор мутный, его фильтруют через бумажный фильтр.

3.1.1, 3.1.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.2. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют свежепрокипяченную и охлажденную дистиллированную воду.

Раствор тиосульфата натрия готовят в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, растворяя (25,0±0,1) г тиосульфата натрия в 100 см^3 воды и доводя объем раствора водой до метки. К полученному раствору добавляют (0,20±0,01) г углекислого натрия и оставляют его в темном месте на 14 сут. Затем по п. 3.6 определяют точную концентрацию приготовленного раствора.

Раствор тиосульфата натрия, приготовленный из стандарта нормадозы концентрации 0,1 моль/дм^3, сразу же используют для анализа.

Раствор тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/дм^3 готовят разбавлением раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3.

Раствор тиосульфата натрия хранят в темной склянке.

3.3. **Приготовление бесцветного раствора йодистого калия**

Если раствор йодистого калия имеет желтоватую окраску (что свидетельствует о наличии свободного йода в растворе), к нему добавляют по каплям раствор тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/дм^3 до полного обесцвечивания.

3.4. **Приготовление раствора двухромовокислого калия**

4,9032 г дважды перекристаллизованного и высушенного при 140 °С двухромовокислого калия растворяют в 1000 см^3 воды или готовят раствор в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 из стандарта нормадозы концентрации 0,1 моль/дм^3.

3.5. Раствор крахмала готовят по ГОСТ 4919.1.

3.2—3.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.6. **Определение точной концентрации раствора тиосульфата натрия**

В коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 500 см^3 помещают (2±0,05) г йодистого калия, растворяют в 1 см^3 воды и прибавляют 5 см^3 раствора соляной или серной кислоты. Затем приливают точно 20 см^3 раствора двухромовокислого калия, колбу закрывают пробкой и оставляют на 5 мин в темном месте. После этого разбавляют водой до 200 см^3 и титруют при постоянном взбалтывании тиосульфатом натрия до желто-зеленой окраски. Затем прибавляют 1 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения окраски.

Точную концентрацию раствора тиосульфата натрия (c), моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{0{,}1 \cdot 20}{V},$$

где 0,1 — концентрация раствора двухромовокислого калия, приготовленного по п. 3.4, моль/дм^3;

20 — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для анализа, см^3;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

За точную концентрацию раствора тиосульфата натрия принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 0,001 моль/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 или 500 см^3 вносят навеску анализируемого продукта, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Величину навески определяют по таблице, исходя из предполагаемого йодного числа.

Йодное число, г йода на 100 г продукта	Навеска пробы, г
От 5 до 20	1,0±0,1
Св. 20 » 50	0,6±0,1
» 50 » 100	0,3±0,05
» 100 » 150	0,15±0,02
» 150 » 200	0,10±0,01

Масса навески при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, — (0,15±0,01) г.

4.2. К навеске приливают 10 см^3 четыреххлористого углерода и осторожно взбалтывают содержимое колбы до полного растворения пробы.

Затем из пипетки приливают точно 5 см^3 раствора бромид-броматной смеси, приготовленной по п. 3.1.1 (при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, — 25 см^3 раствора бромид-броматной смеси, приготовленной по п. 3.1.2), быстро добавляют 2 см^3 раствора серной кислоты, отмеренные цилиндром вместимостью 10 см^3, колбу плотно закрывают пришлифованной стеклянной пробкой, которую притирают; содержимое колбы осторожно перемешивают и оставляют колбу в темном месте на 10 мин (при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, — на 90 мин) при комнатной температуре.

После этого в колбу быстро приливают 10 см^3 раствора йодистого калия, отмеренного цилиндром вместимостью 10, 25 см^3 воды (при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, воду не добавляют), и выделившийся йод при энергичном взбалтывании быстро оттитровывают раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 из бюретки вместимостью 50 см^3, до соломенно-желтой окраски раствора.

Затем вводят 1—2 см^3 раствора крахмала, отмеренного цилиндром вместимостью 10 см^3, и при энергичном взбалтывании продолжают титрование, приливая раствор тиосульфата натрия по каплям и тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждой капли, до исчезновения появившейся после прибавления раствора крахмала синей окраски.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Параллельно проводят контрольный опыт без анализируемого продукта.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Йодное число (X) в граммах йода на 100 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}01269 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в основном опыте, см^3;

0,01269 — масса йода, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, г;

m — масса пробы, взятая для анализа, г.

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух или четырех (при этом в темном месте содержимое колбы выдерживают при температуре (20±2) °С) параллельных определений.

Количество параллельных определений указывают в НТД на продукт.

Относительное расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать допускаемое расхождение, равное для двух определений — 2 %, для четырех — 2,6 %.

Относительное расхождение результатов анализа, полученное в разных лабораториях, не превышает допускаемое расхождение, равное 3 %.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   П.П. Поляков, А.С. Масленников, Т.П. Табачкова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 04.07.72 № 1350**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 4919.1—77	3.5
ГОСТ 84—76	2.1	ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1	ГОСТ 10163—76	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 20288—74	2.1
ГОСТ 4160—74	2.1	ГОСТ 24104—2001	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 4220—75	2.1	ГОСТ 27068—86	2.1
ГОСТ 4232—74	2.1	ГОСТ 29269—91	1.1
ГОСТ 4457—74	2.1		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

6. **ИЗДАНИЕ (апрель 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1989 г., марте 1995 г. (ИУС 1—90, 6—95)**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 05.06.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 70 экз.
С 10797. Зак. 168.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://gost.e-ecolog.ru mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru