ГОСТ Р 50378—92

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНЫХ СМОЛЯНЫХ КИСЛОТ

Издание официальное

БЗ 11—92/1086

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 630.86:543.852.1:006.354 Группа Л49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

## Метод определения свободных смоляных кислот

ГОСТ Р 50378—92

Wood chemical products.
Method for determination of free resin acids

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на лесохимические продукты и устанавливает метод определения свободных смоляных кислот.

Метод применяют при анализе жирных талловых кислот, сырого таллового масла, жирных талловых кислот ЛК и ПЛ, легкого таллового масла для нефтехимической промышленности и других лесохимических продуктов с аналогичными свойствами.

## 1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. Пробы для анализа отбирают согласно требованиям стандартов или технических условий на соответствующие лесохимические продукты.

1.2. Масса навески в зависимости от цвета продукта и предполагаемой массовой доли свободных смоляных кислот указана в таблице.

| Цвет продукта | Предполагаемая массовая доля свободных смоляных кислот, % | Масса навески, г |
|---|---|---|
| Светлый | Менее 5 | 7—8 |
| » | 5—18 | 5—7 |
| » | 18—38 | 3—5 |
| » | 32—55 | 2—3 |
| » | Св. 55 | 1—2 |
| Темный | Любая | 1—3* |

* Применяют только для визуального титрования.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

1.3. При взвешивании используют лабораторные весы типа ВЛР-200 г. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

1.4. 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.

## 2. РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И АППАРАТУРА

Бутанол-1 по ГОСТ 6006.

Толуол по ГОСТ 5789 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или кислота серная, ос. ч., по ГОСТ 14262.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, спиртовой раствор молярной концентрации $c$ (КОН) = 0,2 моль/дм$^3$; готовят по ГОСТ 25794.3.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Аппарат типа АКОВ-10 исполнения 1 или 2 по ГОСТ 1594.

Плитка электрическая с закрытой спиралью.

Колба Кн-1—250—19/26 по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 25 или 50 см$^3$ с ценой деления 0,1 см$^3$.

Пипетка 2(3)—2—50 или 6—2—5 по ГОСТ 20292.

Стакан вместимостью 250 см$^3$ по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—250—2 по ГОСТ 1770.

Иономер универсальный (pH-метр лабораторный) с ценой деления шкалы напряжения не более 5 мВ.

Капилляры стеклянные, запаянные с одного конца.

Мешалка магнитная или механическая.

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Этерифицирующую смесь готовят следующим образом.

В колбе аппарата АКОВ-10 смешивают 125 см$^3$ бутанола-1, 125 см$^3$ толуола, 1,5 г (0,8 см$^3$) серной кислоты и присоединяют колбу к ловушке. Смесь нагревают на плитке до кипения и кипятят в течение 30 мин для отделения воды.

Смесь охлаждают до температуры окружающей среды, переливают в стеклянную колбу и хранят, плотно закрыв пришлифованной стеклянной пробкой, не более 2 сут.

Содержимое ловушки удаляют.

Допускается готовить этерифицирующую смесь из 250 см$^3$ бутанола-1, 250 см$^3$ толуола и 3 г (1,6 см$^3$) серной кислоты, используя в аппарате АКОВ-10 колбу по ГОСТ 25336 со шлифом 29/32 вместимостью 1 дм$^3$.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Визуальное титрование

4.1.1. В коническую колбу взвешивают анализируемый продукт. Массу навески определяют по таблице исходя из цвета продукта и предполагаемой массовой доли свободных смоляных кислот.

В колбу при помощи пипетки добавляют 50 см $^3$ этерифицирующей смеси и помещают несколько стеклянных капилляров. Колбу соединяют с ловушкой аппарата АКОВ-10 и содержимое колбы кипятят на плитке в течение 20 мин, поддерживая бурное кипение для быстрого отделения воды. Колбу быстро охлаждают (допускается охлаждение под струей воды) и раствор (А) в колбе титруют из бюретки раствором гидроокиси калия в присутствии фенолфталеина (если раствор после этерификации темного цвета, перед титрованием его разбавляют 50 см$^3$ бутанола-1).

4.1.2. Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов, без добавления анализируемого продукта.

4.2. Потенциометрическое титрование

Раствор (А), приготовленный по п. 4.1.1, количественно переносят в стакан, используя для промывания колбы 50 см$^3$ бутанола. Раствор (А) в стаканчике титруют потенциометрически, при постоянном перемешивании, раствором гидроокиси калия, прибавляя его порциями по 1,0—3,0 см$^3$, если изменение pH не превышает 0,2 ед pH/см$^3$, если превышает — порциями по 0,1 см$^3$.

Кривая титрования имеет два скачка, первый соответствует титрованию серной кислоты, второй — титрованию серной и смоляных кислот (в сумме).

Титрование ведут до pH 13,5.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свободных смоляных кислот ($X$) в процентах в пересчете на абиетиновую кислоту вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}06048 \cdot (V_2 - V_1) \cdot 100 \cdot 1{,}042}{m} - 0{,}1,$$

где 0,06048 — масса свободных смоляных кислот в пересчете на абиетиновую кислоту, соответствующая 1 см$^3$ раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,2 моль/дм$^3$ (0,2 н.), г;

при визуальном титровании:

$V_2$ — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,2 моль/дм$^3$ (0,2 н.), израсходованного на титрование анализируемого продукта, см$^3$;

$V_1$ — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,2 моль/дм³ (0,2 н.), израсходованного на титрование контрольного раствора, см³;

при потенциометрическом титровании:

$V_2$ — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,2 моль/дм³ (0,2 н.), израсходованного на титрование серной кислоты и смоляных кислот в сумме, см³;

$V_1$ — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,2 моль/дм³ (0,2 н.), израсходованного на титрование серной кислоты, см³;

1,042 — эмпирический поправочный коэффициент, учитывающий этерифицируемость некоторой части смоляных кислот;

0,1 — эмпирическая поправка, учитывающая неэтерифицированные жирные кислоты;

$m$ — масса навески, г.

Объемы титранта, соответствующие первому ($V_1$) и второму ($V_2$) скачкам титрования, могут быть определены графически путем построения зависимости значения pH от добавленного объема раствора гидроокиси калия или расчетным путем по дифференциальной кривой титрования (приложение).

5.2. За результат анализа при любом виде титрования принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые абсолютные расхождения между которыми не должны превышать:

0,2 % при массовой доле свободных смоляных кислот от 0,3 до 3 %;

0,7 % при массовой доле свободных смоляных кислот от 3 до 10 %;

1,5 % при массовой доле свободных смоляных кислот свыше 10 %.

Абсолютные допускаемые расхождения при межлабораторном контроле жирных талловых кислот при доверительной вероятности $P$=0,95 не должны превышать 0,7 %.

*ПРИЛОЖЕНИЕ*
*Рекомендуемое*

**Пример определения результатов титрования по дифференциальной кривой. Титрование пробы жирных талловых кислот (масса навески 8 г)**

| Объем ($V$) добавленного титранта, см³ | pH | $\Delta pH/\Delta V$ | Объем ($V$) добавленного титранта, см³ | pH | $\Delta pH/\Delta V$ |
|---|---|---|---|---|---|
| 0,0 | −0,15 | 0,083 | 19,6 | + 8,25 | 4,000 |
| 3,0 | +0,10 | 0,083 | 19,7 | + 8,65 | 1,000 |
| 6,0 | +0,35 | 0,083 | 19,8 | + 8,75 | 2,500 |
| 9,0 | +0,60 | 0,100 | 19,9 | + 9,00 | 2,500 |
| 12,0 | +0,90 | 0,100 | 20,0 | + 9,25 | 2,500 |
| 15,0 | +1,20 | 0,183 | 20,1 | + 9,50 | 2,000 |
| 18,0 | +1,75 | 1,000 | 20,2 | + 9,70 | 3,000 |
| 19,0 | +2,75 | 5,000 | 20,3 | +10,00 | 6,500 |
| 19,1 | +3,25 | 31,000 | 20,4 | +10,65 | 12,500 |
| 19,2 | +6,35 | 8,000 | 20,5 | +11,90 | 11,000 |
| 19,3 | +7,15 | 6,000 | 20,6 | +13,00 | 2,000 |
| 19,4 | +7,75 | 3,000 | 20,7 | +13,20 | 3,500 |
| 19,5 | +8,05 | 2,000 | 20,8 | +13,55 | — |

Объемы титранта определяют по максимальным значениям $\frac{\Delta pH}{\Delta V}$.

$V_1$=19,1 см³; $V_2$=20,4 см³.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Центральным научно-исследовательским лесохимическим институтом

**РАЗРАБОТЧИКИ**

**В. А. Шилов, О. В. Скворцова, Г. Е. Зильбербранд, Т. Б. Дергунова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 28.10.92 № 1463

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 |
|---|---|
| ГОСТ 1594—69 | 2 |
| ГОСТ 1770—74 | 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 4919.1—77 | 2 |
| ГОСТ 5789—78 | 2 |
| ГОСТ 6006—78 | 2 |
| ГОСТ 14262—78 | 2 |
| ГОСТ 14710—78 | 2 |
| ГОСТ 20292—74 | 2 |
| ГОСТ 24363—80 | 2 |
| ГОСТ 25336—82 | 2 |
| ГОСТ 25794.3—83 | 2 |

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в наб. 12.12.92 Подп. в печ. 05.02.93 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,34. Тираж 250 экз.

Орден «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1765

gost.e-ecolog.ru