Изм. 1 +

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 23955—80
СТ СЭВ 1444—78

Издание официальное



Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. П. Лаврищев, М. И. Карякина, Н. В. Майорова, Т. А. Ермолаева, И. А. Полотнюк

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **В. Ф. Ростунов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 января 1980 г. № 322

УДК 667.63 : 543.852.1 : 006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

Методы определения кислотного числа

Paint materials. Methods for determination of acid value

ГОСТ 23955—80

СТ СЭВ 1444—78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 января 1980 г. № 322 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на лакокрасочные материалы и относящиеся к ним полупродукты и устанавливает методы А, Б и В определения кислотного числа.

Стандарт полностью соответствует стандарту СЭВ 1444—78 и учитывает требования МС 3282—76.

Сущность метода заключается в нейтрализации исследуемого образца раствором гидроокиси калия объемным способом.

Окончательная точка титрования устанавливается визуально в присутствии индикатора или путем записи показателей потенциометра.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 9980—75.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Величина навески исследуемого продукта, в зависимости от ожидаемого кислотного числа, должна быть подобрана по табл. 1 таким образом, чтобы расход раствора гидроокиси калия составлял от 10 до 30 мл.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1980

Э Зак. 686

Таблица 1

Предполагаемое кислотное число, мг КОН на 1 г вещества	Навеска пробы, г	Погрешность взвешивания, г	Нормальность раствора щелочи
До 0,1	50	0,01	0,01
Свыше 0,1 до 0,5	20	0,01	0,01
» 0,5 » 3	10	0,01	0,01
» 3 » 10	15	0,01	0,1
» 10 » 25	5	0,01	0,1
» 25 » 50	2,5	0,01	0,1
» 50 » 150	1	0,001	0,1
» 150	0,5	0,001	0,1

Примечания:

1. При расходе щелочи на титрование менее 10 мл необходимо применять микробюретку.

2. При определении кислотного числа растворителей необходимо применять микробюретку и допускается применять ее для титрования 0,05 н. раствора гидроокиси калия.

В качестве растворителей применяют: ксилол, толуол, 95%-ный этиловый спирт, дистиллированную воду, смесь ксилола или толуола и 95%-ного этилового спирта в соотношении 1 : 1 и добавки 20%-ного раствора хлористого натрия.

Применяемый растворитель и добавки должны быть указаны в действующей нормативно-технической документации на соответствующие лакокрасочные материалы.

2.2. При определении кислотных чисел специальных смывок и растворителей, находящихся в хранилищах (складах), отобранную пробу перед проведением анализа предварительно нагревают в конической колбе вместимостью 250 мл в течение 30 мин на водяной бане при 40°С (для удаления растворенных газов).

2.3. При определении кислотного числа смывки АФТ-1 анализируемую пробу предварительно нагревают на водяной бане с воздушным холодильником при 30—40°С до получения прозрачного раствора. В качестве растворителя применяют 95%-ный этиловый спирт, предварительно нагретый до 40°С (на водяной бане).

2.4. При определении кислотного числа лаков или олиф с добавкой низкомолекулярных каучуков навеску лака или олифы растворяют в 50 мл спирто-толуольной смеси и добавляют 15—20 мл хлороформа.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА МЕТОДОМ ВИЗУАЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ (МЕТОД А)

3.1. Метод А применяют для определения кислотного числа светлых продуктов.

3.2. Посуда и реактивы

Колбы конические вместимостью 200—300 мл.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, типов 1—2—25—0,1; 1—2—50—0,1; 7—2—10.

Бюретка для определения кислотного числа растворителей типа 6—2—2.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, обработанная для удаления углекислоты по ГОСТ 4517—75.

Ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9880—76 или ксилол нефтяной технический по ГОСТ 9410—71.

Толуол каменноугольный по ГОСТ 9880—76 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710—78.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор 1%-ный.

Тимолфталеин, (индикатор) 1%-ный спиртовой раствор.

Нитразиновый желтый, (индикатор) 0,5%-ный водный раствор.

Допускается применение других индикаторов, если это указано в нормативно-технической документации на испытуемый материал.

При анализе ненасыщенных полиэфирных смол допускается применять в качестве индикатора нитразиновый желтый (переход окраски от желтой к сине-фиолетовой).

Смесь растворителей толуол (или ксилол) и этиловый спирт в соотношениях 2 : 1 и 1 : 1.

Калия гидроокись 0,1, 0,05 и 0,01 н. спиртовые растворы.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску испытуемого продукта, выбранную по разд. 2, растворяют в 25—50 мл смеси растворителей (см. п. 3.2), если не указан другой растворитель в нормативно-технической документации на лакокрасочный материал, и титруют раствором гидроокиси калия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина до слаборозовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Если во время титрования образуется осадок, мешающий определить окончательную точку титрования, можно увеличить объем растворителя до 150 мл или добавить 25 мл ацетона. Если образец не растворяется в указанной в п. 3.2 смеси растворителей, допускается применять другой растворитель или смесь растворителей, нейтральных по отношению к испытуемому материалу. Одновременно титруют контрольную пробу с теми же количествами растворителя (или смеси растворителей, которые были взяты для анализа). Допускается предварительная нейтрализация растворителя (или смеси растворителей) по применяемому индикатору. При использовании предварительно нейтрализованного растворителя (или смеси растворителей) контрольную пробу в расчете не учитывают.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{56{,}1 \cdot н. \cdot (V - V_1)}{m}, \quad (1)$$

при титровании аликвотных частей по формуле

$$X_1 = \frac{56{,}1 \cdot н. \cdot (V - V_1)}{m} \cdot \frac{V_2}{V_3}, \quad (2)$$

где V — объем точно 0,1; 0,05 или 0,01 н. раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование, мл;

V_1 — объем точно 0,1; 0,05 или 0,01 н. раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл;

V_2 — объем растворителя, взятый для экстракции, мл;

V_3 — объем аликвотной части анализируемого раствора, мл;

m — масса навески испытуемого продукта, г;

56,1 — количество гидроокиси калия, содержащееся в 1 мл точно 0,1 н. раствора гидроокиси калия, мг;

н. — нормальность раствора гидроокиси калия (0,1; 0,05; 0,01 н.).

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА МЕТОДОМ ВИЗУАЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ НАСЫЩЕННОГО РАСТВОРА ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ (МЕТОД Б)

4.1. Метод применяют для определения кислотных чисел темных и окрашенных растворов.

4.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Колбы конические вместимостью 200—300 мл.

Бюретка для определения кислотного числа растворителей, типа 6—2—2.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, типов 1—2—25—0,1; 1—2—50—0,1; 7—2—10.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Тимолфталеин (индикатор), 1%-ный спиртовой раствор.

Щелочной голубой 6Б, (индикатор) 1%-ный спиртовой раствор.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор при 20±2°С, нейтрализованный по фенолфталеину.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 н. раствор.

Калия гидроокись 0,1; 0,05; 0,01 н. спиртовые растворы.

4.3. Проведение испытаний

4.3.1. Навеску испытуемого продукта, выбранную по п. 2.1, помещают в коническую колбу, растворяют в 25—50 мл нейтрализованного растворителя или смеси растворителей, добавляют 20 мл насыщенного раствора хлористого натрия, колбу закрывают пробкой и несколько раз встряхивают.

Затем добавляют несколько капель фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия, постоянно перемешивая, до получения устойчивой розовой окраски водяного слоя. Добавляют несколько миллилитров точно измеренного избытка раствора гидроокиси калия, который оттитровывают 0,1 н. раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски раствора.

Допускается проведение контрольного опыта. При использовании предварительно нейтрализованного растворителя (или смеси растворителей) контрольный опыт при расчете не учитывают.

Примечание. При анализе веществ, образующих очень темные и интенсивно окрашенные растворы, допускается:

1) уменьшить навеску, указанную в табл. 1,

2) применять индикаторы тимолфталеин (переход окраски от бесцветной к синей) и щелочной голубой 6Б (переход окраски от сине-фиолетовой к розовато-коричневой);

3) применять прямое визуальное титрование щелочным раствором в среде растворителей без добавок хлористого натрия с использованием вышеуказанных индикаторов и уменьшенных, по сравнению с табл. 1, навесок с обязательным применением микробюреток, если это указано в нормативно-технической документации на испытуемый продукт.

4.3.2. При определении кислотных чисел битумных и асфальтовых лаков навеску лака 1—2 г растворяют при нагревании в конической колбе с воздушным холодильником на водяной бане при 40°С в 25—50 мл ксилола или толуола, добавляют 50 мл четыреххлористого углерода и смесь, состоящую из 50 мл 95%-ного этилового спирта и 15 мл 20%-ного раствора хлористого натрия. После перемешивания и отстаивания образуется верхний светлый слой. Раствор титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски отстоявшегося слоя, не исчезающей в течение 30 с. В конце титрования в смеси должно быть по объему вдвое больше спирта, чем воды, что достигается дополнительным введением в смесь 95%-ного этилового спирта. Кислотное число рассчитывают по формуле (1).

4.3.3. При определении кислотных чисел нитроцеллюлозных лаков и красок навеску лака или краски 25 г взвешивают в колбе с пришлифованной пробкой и растворяют в 100 мл ксилола или толуола. После встряхивания и отстаивания в течение 2—3 ч аликвотную часть 10 мл ксилольного или толуольного слоя, отобранную пипеткой, титруют из микробюретки 0,01 н. раствором гидроокиси калия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина до слабо-

розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

4.3.4. При определении кислотного числа грунтовок навеску грунтовки 10 г заливают 100 мл спирто-толуольной, спирто-ксилольной смеси или горячей воды. После встряхивания и отстаивания в течение 2—3 ч аликвотную часть 50 мл спирто-толуольного, спирто-ксилольного или водного раствора, отобранную пипеткой, титруют 0,1 или 0,01 н. раствором гидроокиси калия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Допускается вместо отстаивания проводить интенсивное перемешивание в течение 1 ч на специальном аппарате для встряхивания с последующей фильтрацией. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

4.3.5. При определении кислотного числа электроизоляционных лаков и эмалей навеску лака или эмали 25 г растворяют в 100 мл толуола или ксилола. После встряхивания и отстаивания в течение 2—3 ч аликвотную часть 20 мл толуольного или ксилольного раствора, отобранную пипеткой, титруют 0,1 или 0,01 н. раствором гидроокиси калия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

4.3.6. При определении кислотного числа водной вытяжки из нитроклея навеску нитроклея 25 г растворяют в 50 мл горячей дистиллированной воды. После встряхивания и отстаивания в течение 2—3 ч аликвотную часть водного слоя, отобранную пипеткой, титруют из микробюретки 0,01 н. раствором гидроокиси калия в присутствии 2—3 капель фенолфталеина до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Кислотное число рассчитывают по формуле (2).

4.4. Обработка результатов

Кислотное число (X_2) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{56{,}1(V_{н.} - V_1 \cdot 0{,}1)}{m}, \qquad (3)$$

где V — объем точно 0,1; 0,05 или 0,01 н. раствора гидроокиси калия, необходимый для титрования образца вместе с добавленным избытком, мл;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора соляной кислоты, необходимый для титрования образца с добавленным избытком раствора КОН, мл;

н. — нормальность раствора гидроокиси калия (0,1; 0,05;; 0,01 н.);

0,1 — нормальность соляной кислоты;

m — масса навески, г;

56,1 — количество гидроокиси калия, содержащееся в 1 мл точно 0,1 н. раствора, мг.

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА СПОСОБОМ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ (МЕТОД В)

5.1. Метод применяют для определения кислотных чисел темных и окрашенных растворов, кислотное число которых трудно точно определить по методу Б, а также при растянутом интервале цветового перехода индикаторов.

Допускается применять вместо методов А и Б.

5.2. Аппаратура, реактивы, растворы

pH милливольтметр типа pH-340 или другой аналогичной конструкции.

Электрод стеклянный или платиновый.

Электрод сравнения каломельный или хлорсеребряный.

Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 и 50 мл.

Мешалка магнитная типа ЭМА, размешиватель мешалки должен быть запаян в стеклянную или полиэтиленовую трубку.

Смесь растворителей или растворитель (см. п. 3.2), нейтрализованные потенциометрически.

Калия гидроокись 0,1; 0,05 и 0,01 н. спиртовые растворы.

5.3. Проведение анализа

Навеску испытуемого продукта, подготовленную по разд. 2, помещают в сосуд вместимостью 150 мл, растворяют в 25—50 мл нейтрализованного растворителя или смеси растворителей, погружают в раствор электроды, включают магнитную мешалку и титруют, снимая показания прибора после каждого добавления титранта. На основании полученных результатов вычерчивают кривую зависимости первой производной от объема прибавляемого титранта $\frac{\Delta E}{\Delta V}$ от V,

где ΔE — изменение потенциала после прибавления порции титранта, мв;

ΔV — порция титранта, мл;

V — объем титранта, мл.

5.4. Обработка результатов

Кислотное число (X_3) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{56{,}1 \cdot V \cdot n}{m}, \qquad (4)$$

где V — объем точно 0,1; 0,05 или 0,01 н. раствора гидроокиси калия, мл,

n — нормальность раствора гидроокиси (0,1; 0,05; 0,01 н.);

m — масса испытуемого образца, г;

56,1 — количество гидроокиси калия, содержащееся в 1 мл точно 1 н. раствора, мг.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

5.5. Воспроизводимость метода определения кислотного числа указана в табл. 2.

Таблица 2

Кислотное число, мг КОН/г	Воспроизводимость метода при определении кислотного числа, мг КОН/г	
	одним исполнителем	разными исполнителями
До 0,3	±0,03	±0,05
От 0,3 до 1,0	±0,05	±0,1
От 1,0 до 10,0	±0,1	±0,2
Свыше 10	±3% от полученной величины	±5% от полученной величины

Группа Л19

Изменение № 1 ГОСТ 23955—80 Материалы лакокрасочные. Методы определения кислотного числа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.04.88 № 1177

Дата введения 01.07.88

На обложке и первой странице под обозначением стандарта заменить обозначение: **СТ СЭВ 1444—78** на **СТ СЭВ 1444—87.**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ **2310.**

Вводную часть изложить в новой редакции: **«Настоящий стандарт распространяется** на лакокрасочные материалы и относящиеся к ним полупродукты и устанавливает методы определения кислотного числа:

(Продолжение см. с. 266)

метод А — визуального титрования (для светлых материалов);

метод Б — визуального титрования с применением насыщенного раствора хлористого натрия (для темных и окрашенных материалов);

метод В — потенциометрического титрования (для темных и окрашенных материалов, когда неприменны метод Б и при растянутом интервале цветового перехода индикаторов, а также для светлых материалов)».

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9980—75 на ГОСТ 9980.2—86.

Пункт 2.1. Первый абзац. Заменить слова: «Величина навески» на «Масса пробы»;

таблицу 1 изложить в новой редакции (примечания исключить):

(Продолжение см. с. 267)

Таблица 1

Предполагаемое кислотное число, мг КОН/г	Масса пробы, г
До 0,10	50,00
Св. 0,10 » 0,50	20,00
» 0,50 » 3,00	15,00
» 3,00 » 10,00	10,00
» 10,00 » 25,00	5,00
» 25,00 » 50,00	2,50
» 50,000 » 150,000	1,000
» 150,000	0,500

второй абзац изложить в новой редакции. «В качестве растворителей применяют ксилол, толуол, раствор этилового спирта с объемной долей 96 %, дистиллированную воду, смесь ксилола или толуола и раствор этилового спирта с объемной долей 96 % в соотношении 1:1 по объему и добавки раствора хлористого натрия с массовой долей 20 %».

Пункты 2.2, 2.3, 4.3.2. Заменить значение: 40 °С на (40±2) °С

Пункт 2.3. Заменить слова: «95-ный этиловый спирт» на «раствор этилового спирта с объемной долей 96 %».

Пункт 2.4. Заменить слова: «спирто-толуольной смеси» на «смеси этилового спирта и толуола».

Пункты 3.1, 3.2 изложить в новой редакции: «3.1. Сущность метода

Метод заключается в титровании раствора испытуемого материала раствором гидроокиси калия в присутствии индикатора и визуальном определении конечной точки титрования по измерению окраски раствора.

3.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 200—300 см³ по ГОСТ 25336—82.

Бюретки 1—2—25—0,1; 1—2—50—0,1; 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Микробюретки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 2 и 10 см³ с ценой деления не более 0,02 см³, применяют при расходе щелочи на титрование менее 10 см³ и при определении кислотного числа растворителей.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, обработанная для удаления углекислоты по ГОСТ 4517—87.

Ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9880—76 или ксилол нефтяной технический по ГОСТ 9410—78.

Толуол каменноугольный по ГОСТ 9880—76 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710—78.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Тимолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Нитразиновый желтый (индикатор), водный раствор с массовой долей 0,5 %.

Допускается применение других индикаторов, если это указано в нормативно-технической документации на испытуемый материал.

При анализе ненасыщенных полиэфирных смол допускается применять в качестве индикатора нитразиновый желтый (переход окраски от желтой к синефиолетовой).

Смесь растворителей — толуола (или ксилола) и этилового спирта в соотношениях 2:1 или 1:1 по объему.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации $c(KOH) = 0{,}1$ моль/дм³.

(Продолжение см. с. 268)

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87 с объемной долей 96 %».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить слово: «Навеску» на «Пробу»;

второй абзац. Заменить слова: «окончательную» на «конечную», «контрольную пробу в расчете не учитывают» на «контрольный опыт не проводят».

Пункты 3.4, 4.1, 4.2 изложить в новой редакции: «3.4. Обработка результатов

Кислотное число (K) в мг КОН/г продукта вычисляют по формуле

$$K = \frac{56{,}1 \cdot c(V - V_1)}{m}, \qquad (1)$$

при титровании аликвотных частей — по формуле

$$K = \frac{56{,}1 \cdot c(V - V_1)}{m} \cdot \frac{V_2}{V_3}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси калия той же концентрации, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

c — концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

m — масса навески испытуемого продукта, г;

V_2 — объем растворителя, взятый для экстракции, см³;

V_3 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

56,1 — масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации $c(KOH) = 1$ моль/дм³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4.1. Сущность метода

Метод заключается в добавлении к раствору испытуемого материала насыщенного раствора хлористого натрия, а затем гидроокиси калия, титровании его избытка раствором соляной кислоты и визуальном определении конечной точки титрования по изменению окраски раствора в присутствии индикатора.

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы и растворы

Колбы конические вместимостью 200—300 см³ по ГОСТ 25336—82.

Микробюретки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 2 и 10 см³ с ценой деления не более 0,02 см³.

Бюретки 1—2—25—0,1; 1—2—50—0,1; 7 · 2 · 10 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 2—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Термометр по ГОСТ 215—73.

Воздушный холодильник и водяная баня.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Тимолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Щелочной голубой 6Б (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор при (20±2) °С, нейтрализованный по фенолфталеину.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор концентрации $c(HCl) = 0{,}1$ моль/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч.д.а., спиртовые растворы концентрации $c(KOH) = 0{,}1$ и $c(KOH) = 0{,}01$ моль/дм³».

Пункт 4.3.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Затем добавляют 3—5 капель фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³, постоянно перемешивая, до получения устойчивой розовой ок-

(Продолжение см. с. 269)

раски водного раствора. Добавляют аликвотное количество раствора гидроокиси калия, который оттитровывают раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ до исчезновения розовой окраски раствора»;

третий абзац. Заменить слова: «при расчете не учитывают» на «не проводят».

Пункт 4.3.2. Заменить слова: «из 50 мл 95 %-ного этилового спирта и 15 мл 20 %-ного раствора хлористого натрия. После перемешивания и отстаивания образуется верхний светлый слой. Раствор титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия» на «из 50 см³ раствора этилового спирта с объемной долей 96 % и 15 см³ раствора хлористого натрия с объемной долей 20 %. После перемешивания и отстаивания образуется верхний светлый слой. Раствор титруют раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 моль/дм³»; «95 %-ного этилового спирта» на «раствор этилового спирта с объемной долей 96 %».

Пункты 4.3.3, 4.3.6. Заменить слова: «0,01 н. раствором гидроокиси калия» на «раствором гидроокиси калия концентрации 0,01 моль/дм³».

Пункты 4.3.4, 4.3.5. Заменить слова: «0,1 или 0,01 н. раствором гидроокиси калия» на «раствором гидроокиси калия концентрации 0,1 или 0,01 моль/дм³».

Пункты 4.4, 5.1 изложить в новой редакции: «4.4. Обработка результатов

Кислотное число (K) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$K = \frac{56,1(V \cdot c - V_1 \cdot 0,1)}{m}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 или 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, вместе с добавленным избытком, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора с добавленным избытком раствора гидроокиси калия, см³;

c — концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

m — масса навески испытуемого продукта, г;

56,1 — масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации $c(\text{KOH}) = 1$ моль/дм³;

0,1 — концентрация соляной кислоты, моль/дм³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

5.1 Сущность метода

Метод заключается в титровании раствора испытуемого материала раствором гидроокиси калия и определении точки эквивалентности по показанию потенциометра».

Пункт 5.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «pH-метр-милливольтметр типа pH 673М или другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³»;

дополнить абзацами: «Стакан стеклянный по ГОСТ 25336—82 вместимостью 150 см³

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г».

Пункты 5.3—5.5 (кроме табл. 2) изложить в новой редакции: «5.3. Проведение анализа

Навеску испытуемого продукта, подготовленную как указано в разд. 2, помещают в стакан вместимостью 150 см³, растворяют в 25—50 см³ нейтрализованного растворителя или смеси растворителей, погружают в раствор электроды, включают магнитную мешалку и титруют раствором гидроокиси калия, снимая показания прибора после каждого добавления титранта. Титрование ведут,

(Продолжение см. с. 270)

уменьшая порции объема титранта по мере приближения к точке эквивалентности. На основании полученных результатов вычерчивают кривую зависимости первой производной от объема прибавляемого титранта

$$\frac{\Delta E}{\Delta V} \text{ от } V,$$

где ΔE — измерение потенциала после каждого прибавления порции объема титранта, мВ;

ΔV — порция объема титранта, см³;

V — объем титранта, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³.

5.4. Обработка результатов

Кислотное число (K) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$K = \frac{56{,}1 \cdot V \cdot c}{m}, \qquad (4)$$

где V — объем раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

c — концентрация раствора гидроокиси калия, используемого для титрования, моль/дм³;

m — масса навески испытуемого продукта, г;

56,1 — масса гидроокиси калия, мг, соответствующая 1 см³ раствора концентрации $c(\text{KOH}) = 1$ моль/дм³.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

5.5. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в зависимости от предполагаемого кислотного числа приведены в табл. 2».

Таблица 2. Головка. Заменить слова: «Воспроизводимость метода при определении кислотного числа, мг КОН/г» на «Расхождение между параллельными определениями, мг КОН/г, не более», «одним исполнителем» на «сходимость», «разными исполнителями» на «воспроизводимость».

(ИУС № 7 1988 г.)

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *Т. А. Камнева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в печ. 29.04.80 0,75 п. л. 0,57 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 505