23631-79
Пул. 1

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НЕОМЫЛЯЕМЫХ ВЕЩЕСТВ

ГОСТ 23631—79

Издание официальное

Центральный информационный фонд стандартов и технических условий

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Г. А. Тембер, Л. В. Макарова, П. А. Петров, В. П. Кудряшова, Н. Т. Герасимова

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Член Коллегии А. И. Лукашов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 мая 1979 г. № 1787

УДК 665.12 : 543.855 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Рефрактометрический метод определения содержания неомыляемых веществ

Synthetic fat acids. Determination of unsaponificables content. Refractometric method

ГОСТ 23631—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 мая 1979 г. № 1787 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания неомыляемых веществ не более 10% на рефрактометре в синтетических жирных кислотах с числом углеродных атомов от C_5 до C_{20}.

Сущность метода состоит в извлечении неомыляемых веществ из предварительно омыленной смеси кислот с помощью α-бромнафталина. По изменению показателя преломления α-бромнафталина до и после экстракции определяют количество неомыляемых веществ.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Рефрактометр типа ИРФ-22 или ИРФ-23, или другие с погрешностью показаний прибора не более $5 \cdot 10^{-4}$.

Термостат типа ТС-16 или ТС-24, или УТ-15, или другие с погрешностью регулирования температуры 0,5°С.

Бюретка исполнения 7 или пипетка исполнения 2 вместимостью 5 или 10 мл по ГОСТ 20292—74.

Ступка фарфоровая № 1, 2, 3 по ГОСТ 9147—73, с пестиком.

Колба коническая типа Кн вместимостью 10—50 мл по ГОСТ 10394—72.

Весы лабораторные рычажные типа ВЛА-200, класса точности 2 по ГОСТ 19491—74 или другие весы с тем же классом точности.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1979

Пикнометр стеклянный типа ПМЖ вместимостью 1—2 мл по ГОСТ 22524—77.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026—76 или фильтры «белая лента».

α-бромнафталин, ч.

Калия гидроокись, ч. д. а.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Гидроокись калия измельчают в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния и сушат при температуре 105—115°С для удаления влаги. Хранят в склянке с закрытой пробкой в эксикаторе.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Навеску синтетических жирных кислот, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г в фарфоровой ступке, расплавляют и смешивают с предварительно измельченной сухой гидроокисью калия, взятой в 4-кратном количестве по отношению к кислотному числу.

Масса навесок кислот и гидроокиси калия указана в табл. 1.

Таблица 1

Фракция кислот	Масса навески, г	
	кислот	гидроокиси калия
C_6—C_{10}	1,0—1,2	1,5—1,9
C_{11}—C_{20}	0,8—1,0	0,9—1,0

Массу навески гидроокиси калия (A) в граммах можно также вычислить по формуле

$$A = \frac{4 \cdot B \cdot m}{1000},$$

где B — кислотное число, определенное по ГОСТ 22386—77, мг КОН/г;

m — масса навески кислот, г.

Смесь растирают в ступке в течение 3—10 мин до получения однородной массы. Приливают 5 мл α-бромнафталина и снова растирают в течение 10 мин. Полученную суспензию фильтруют через складчатый фильтр в колбу.

В фильтрате определяют показатель преломления. За конечный результат принимают показание рефрактометра, установившееся через 2 мин после нанесения капли фильтрата на призму рефрактометра. Аналогично определяют показатель преломления чистого α-бромнафталина при той же температуре.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю неомыляемых веществ (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot \varrho^t}{m} \cdot \frac{n_p^t - n_{ph}^t}{n_{ph}^t - n^t} \cdot 10^2,$$

где V — объем α-бромнафталина, см³;

ϱ^t — плотность неомыляемых веществ при температуре определения, г/см³;

n_p^t — показатель преломления α-бромнафталина при температуре определения;

n_{ph}^t — показатель преломления фильтрата неомыляемых веществ при температуре определения;

n^t — показатель преломления неомыляемых веществ при температуре определения;

m — масса навески кислот, г.

4.2. За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 отн. % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.3. Средние значения показателей преломления и плотности неомыляемых веществ, выделенных из кислот фракций C_5—C_6, C_7—C_9, C_{10}—C_{16}, C_{17}—C_{20}, определенные при различных температурах, приведены в табл. 2. В случае анализа при температурах, отличающихся от приведенных в табл. 2, эти показатели находят линейной интерполяцией.

Примечание. Для определения массовой доли неомыляемых веществ в синтетических жирных кислотах фракций, не предусмотренных табл. 2, необходимо предварительно определить показатель преломления (n^t) и плотность (ϱ^t) неомыляемых при температуре измерений. Для этого необходимо:

определить пикнометром плотность, выделенных методом экстракции по разд. 4 ГОСТ 23239—78 неомыляемых веществ и на рефрактометре определить их показатели преломления в интервале нужных температур;

построить график зависимости плотности и показателя преломления неомыляемых от температуры.

Таблица 2

Фракция кислот	Показатель преломления (n^t) при температуре определения							Плотность (ρ^t) при температуре определения						
	25°С	30°С	35°С	50°С	55°С	60°С	65°С	25°С	30°С	35°С	50°С	55°С	60°С	65°С
C_6—C_8	1,4466	1,4444	1,4421	1,4355	1,4331	1,4310	1,4288	0,84	0,83	0,83	0,82	0,82	0,82	0,81
C_7—C_9	1,4507	1,4484	1,4462	1,4392	1,4367	1,4352	1,4325	0,83	0,83	0,83	0,82	0,82	0,82	0,81
C_{10}—C_{16}	—	—	—	1,4480	1,4466	1,4445	1,4418	—	—	—	0,82	0,82	0,82	0,82
C_{12}—C_{20}	—	—	—	1,4535	1,4514	1,4493	1,4475	—	—	—	0,83	0,82	0,82	0,82

Изменение № 1 ГОСТ 23631—79 Кислоты жирные синтетические. Рефрактометрический метод определения содержания неомыляемых веществ

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.10.84 № 3609 срок введения установлен

с 01.04.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

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

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Рефрактометр универсальный лабораторный УРЛ модель 1 или аналогичный с погрешностью измерений не более $1 \cdot 10^{-4}$»;

четвертый, пятый и шестой абзацы изложить в новой редакции:

«Ступка 1, 2, 3 или чашка выпарительная 2 по ГОСТ 9147—80.

Колба по ГОСТ 25336—82, типа Кн-1, вместимостью 10—50 $см^3$.

Весы лабораторные с пределом взвешивания от 0,1 мг до 200 г класса точности 2 или аналогичного типа»;

последний абзац дополнить словами: «по ГОСТ 24363—80».

Пункт 2.1. Исключить слова: «и сушат при температуре 105—115 °С для удаления влаги».

(Продолжение см. стр. 160)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23631—79)

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «в фарфоровой ступке» на «в фарфоровой чашке»; исключить слово: «сухой».

Пункт 4.2 исключить.

Пункт 4.3. Примечание. Первый абзац после слова «фракций» дополнить обозначениями: C_6—C_9, C_9—C_{10}, C_{12}—C_{18}, C_{12}—C_{16}.

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.4, 4.5:

«4.4. Сходимость

Два результата определения, полученные последовательно одним лаборантом, признаются достоверными, если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

%

Массовая доля нефтяных веществ	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,5	0,1	0,3
Св. 0,5 » 1,0	0,2	0,5
» 1,0 » 2,0	0,4	0,7
» 2,0	0,6	1,3

(Продолжение см. стр. 161)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23631—79)

4.5. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными, если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 3.

(ИУС № 1 1985 г.)

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 30.05.79 Подп. в печ. 27.06.79 0,5 п. л. 0,29 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 774

gost.e-ecolog.ru