МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТЫ СИНТЕТИЧЕСКИЕ ЖИРНЫЕ

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭФИРНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

БЗ 5—93/411

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным Техническим комитетом МТК 193 "Кислоты жирные синтетические, высшие жирные спирты, поверхностно-активные вещества"

ВНЕСЕН Госстандартом Российской Федерации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6—94 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 6 марта 1996 г. №155 межгосударственный стандарт ГОСТ 22385—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22385—82

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Средства измерений, аппаратура, посуда и реактивы 2
4 Подготовка к анализу 3
5 Проведение испытаний 4
6 Обработка результатов 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТЫ СИНТЕТИЧЕСКИЕ ЖИРНЫЕ

Фотометрический метод определения эфирного числа

Synthetic fat acids. Photometric method
for determination of ester value

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на синтетические жирные кислоты с числом углеродных атомов от C_4 до C_{25} и устанавливает фотометрический метод определения эфирного числа синтетических жирных кислот.

Сущность метода заключается в переводе эфирных соединений в гидроксамовые кислоты и последующем фотометрировании соединений железа (III) с образовавшимися кислотами.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5860—75 Реактивы. Кислота аминоуксусная. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр, работающий в области длин волн 400—600 нм, или фотоэлектроколориметр со светофильтром, имеющим максимальное светопропускание при длине волны (520±20) нм.

Набор стеклянных кювет.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с пределами взвешивания 0,1 мг — 200 г по ГОСТ 24104.

Стакан Н-1—50(250, 500) ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка градуированная вместимостью 5 или 10 $см^3$.

Цилиндры 1(3)—25—2, 1(3)—100—2 и 1(3)—500—2 по ГОСТ 1770.

Колбы 2—25—2, 2—50—2, 2—100—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Баня водяная.

Вода дистиллированная с pH 5,4—6,6.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456.

Железо (III) хлорид 6-водный по ГОСТ 4147.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

Кислота аминоуксусная (глицин) по ГОСТ 5860.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор молярной концентрации $c(HCl)$ = 0,1 моль/$дм^3$, $c(HCl)$ = 1,0 моль/$дм^3$ и раствор с массовой долей 5 % в пропаноле-2.

Метилмиристат или другой эфир индивидуальной жирной кислоты с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Спирт изопропиловый (пропанол-2, изопропанол) по ГОСТ 9805.

Допускается использование аппаратуры, посуды, реактивов по другой НТД или импортные с аналогичными характеристиками.

4 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1 Приготовление раствора гидрохлорида гидроксиламина с массовой долей 10 %

10 г гидрохлорида гидроксиламина, взвешенного с точностью до второго десятичного знака, растворяют в 20 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют 70 г (89 $см^3$) пропанола-2. Смесь перемешивают.

4.2 Приготовление раствора гидроокиси калия с массовой долей 5 % в пропаноле-2

5 г гидроокиси калия, взвешенного с точностью до второго десятичного знака, растворяют при нагревании в 95 г (121 $см^3$) пропанола-2, перемешивают и хранят в склянке с полиэтиленовой пробкой. Пригоден в течение 10 сут.

4.3 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 5 % в пропаноле-2

12 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,18 $г/см^3$ растворяют в 86 г (109 $см^3$) пропанола-2. Смесь перемешивают и хранят в герметично закрытой склянке с полиэтиленовой пробкой. Пригоден в течение 10 сут.

4.4 Приготовление раствора 6-водного хлорида железа (III) с массовой долей 10 %

10 г 6-водного хлорида железа (III), взвешенного с точностью до второго десятичного знака, растворяют в 10 $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/$дм^3$, добавляют 80 г (102 $см^3$) пропанола-2 и перемешивают. Хранят в темной склянке с полиэтиленовой пробкой. Пригоден в течение 10 сут.

4.5 Приготовление буферного раствора с pH = 1,5

К 340 $см^3$ водного раствора аминоуксусной кислоты (7,5 г аминоуксусной кислоты и 5,85 г хлористого натрия в 1000 $см^3$ дистиллированной воды) приливают 66 $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$.

4.6 Определение молярного коэффициента поглощения

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают навеску эфира жирной кислоты массой 0,2 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, разбавляют до метки пропанолом-2 и перемешивают. Отбирают пипеткой в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ аликвотные части по 2 $см^3$ и подвергают испытанию по п. 3.3 настоящего стандарта.

Молярный коэффициент поглощения E, $дм^3 \cdot моль^{-1} \cdot см^{-1}$, вычисляют по формуле

$$E = \frac{D \cdot M \cdot 25 \cdot 50}{m \cdot 2 \cdot 1000 \cdot l} = \frac{0{,}625 \cdot D \cdot M}{m \cdot l}, \qquad (1)$$

где D — оптическая плотность при длине волны 520 нм;
M — молярная масса эфира, г/моль;
m — масса навески эфира, г;
l — толщина поглощающего свет слоя, см.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов шести параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % среднего значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 2517.

5.2 При взятии навески жирной кислоты для анализа руководствуются следующими рекомендациями:

Фракция СЖК	Масса навески, г
C_7—C_9	0,2—0,5
C_{10}—C_{16}	0,2—0,4
C_{17}—C_{20}	0,1—0,2
C_{21}—C_{25}	0,05—0,1

5.3 Навеску жирной кислоты, взвешенную с погрешностью не более ± 0,0002 г, помещают в стакан вместимостью 50 см^3 и растворяют, нагревая при необходимости на водяной бане, в 10 см^3 пропанола-2, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, ополаскивают стакан 10 см^3 пропанола-2 и объединяют растворы. К содержимому колбы приливают 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, 6 см^3 раствора гидроокиси калия, выдерживают в течение 15 мин, добавляют 4 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 5 %, 10 см^3 буферного раствора и перемешивают до полного растворения осадка. Добавляют 3 см^3 раствора 6-водного хлорида железа (III) и разбавляют до метки пропанолом-2. После перемешивания измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 520 нм относительно раствора сравнения, полученного аналогично испытуемому путем приливания всех реактивов в том же количестве и той же последовательности, но без навески жирной кислоты.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Эфирное число X, мг КОН/г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{56{,}11}{E \cdot l} \cdot \frac{D \cdot 50}{m}, \qquad (2)$$

где 56,11 — молярная масса эквивалента гидроокиси калия, г/моль;

E — молярный коэффициент поглощения сложных эфиров, $дм^3 \cdot моль^{-1} \cdot см^{-1}$;

l — толщина поглощающего свет слоя, см;

D — оптическая плотность при длине волны 520 нм;

m — масса навески кислот, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать следующих значений: эфирное число — 1—15 мг КОН/г; сходимость — ± 0,4 мг КОН/г; воспроизводимость — ±0,4 мг КОН/г.

УДК 665.12.001.4:006.354 ОКС 71.040.40 Л29 ОКСТУ 2409

Ключевые слова: кислоты жирные синтетические, фотометрический метод, эфирное число

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95.Сдано в набор 19.04.96. Подписано в печать 18.06.96.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 355 экз. С 3524. Зак. 284.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва,
Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru