

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

Метод определения кислотного числа потенциометрическим
титрованиемГОСТ
17823.3—80*Wood chemical products. Method for determination of
acid number by potentiometric titration

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.12.80 № 5881 дата введения установлена

01.01.82

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт распространяется на темные лесохимические продукты и устанавливает метод определения кислотного числа в диапазоне от 5 до 200 мг КОН на 1 г продукта.

Метод заключается в потенциометрическом титровании продукта (растворенного в растворителе) растворами гидроокиси калия или гидроокиси натрия. Объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия эквивалентный точке нейтрализации свободных кислот, определяют по скачку потенциала.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

Электроды: индикаторный-стеклянный и сравнения — хлорсеребряный, заполненный насыщенным раствором хлористого калия.

Титровальный стенд, включающий:

- штатив с подставкой,
- стаканы для титрования по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см³ с крышкой, имеющей отверстия для электродов, бюретки и мешалки;
- мешалку стеклянную однолопастную с электромотором, обеспечивающим частоту вращения 400—1000 об/мин, или магнитную.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1000 см³.

Цилиндры измерительные с носиком или мензурки по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 и 100 см³.

Колба Кн-2—250ТС по ГОСТ 25336—82.

Стаканчики типа СВ 34/12 по ГОСТ 25336—82.

Пипетки по НТД, вместимостью 5 и 20 см³.

Бюретка 7—2—10 по НТД.

Бюретка 1—1—25—0,1 по НТД.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (июнь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1986 г. (ИУС 9—86)

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Эксикатор по ГОСТ 25336—82.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 или калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, водные или спиртовые растворы концентрации c (NaOH) или c (KOH) = 0,1 и 0,5 моль/дм³.

Кислота янтарная по ГОСТ 6341—75.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Толуол по ГОСТ 5789—78 или толуол каменноугольный или сланцевый по ГОСТ 9880—76 или толуол нефтяной по ГОСТ 14710—78.

Ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9410—78.

Бензол по ГОСТ 5955—75 или бензол нефтяной по ГОСТ 9572—93.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

α -Нафтолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоту, готовят по ГОСТ 4517—87.

Известь натронная или аскарит.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88, 2-го класса точности с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Для проведения анализа, в зависимости от растворимости лесохимических продуктов, применяют следующие растворители: дистиллированную воду, этиловый спирт, смесь этилового спирта и толуола (или ксилола, или бензола) в соотношении 1:4.

Применяемый растворитель должен быть указан в нормативно-технической документации, устанавливающей технические требования на лесохимические продукты.

2.2. Приготовление растворов гидроокиси натрия или гидроокиси калия

Раствор гидроокиси натрия готовят по ГОСТ 25794.1—83, раствор гидроокиси калия готовят по ГОСТ 25794.3—83, при этом растворы могут быть водные или спиртовые.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3—2.3.3. **(Исключены, Изм. № 1).**

2.4. Подготовка прибора

Прибор готовят в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Через семь-восемь суток периодически электроды заполняют свежим насыщенным раствором хлористого калия, уровень которого должен быть выше уровня титруемого раствора.

После каждого определения электроды должны быть промыты тем растворителем, который используют для растворения анализируемого продукта.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемого продукта взвешивают в стакане для титрования (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака) в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Кислотное число, мг KOH на 1 г продукта	Масса навески, г, при использовании бюретки емкостью		Концентрация раствора гидроокиси натрия (калия), моль/дм ³
	10 см ³	25 см ³	
5—20	2,0±0,2	6,0±0,2	0,1
От 50 до 99	0,5±0,05	1,25±0,05	0,1
» 100 » 150	1,4±0,1	2,0±0,2	0,5
Св. 150	1,0±0,1	2,0±0,2	0,5

3.2. Навеску анализируемого продукта растворяют в 50 см³ растворителя.

Стакан устанавливают на титровальный стенд, включают мешалку.

После полного растворения продукта в раствор опускают электроды и титруют раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия.

3.3. Раствор гидроокиси натрия или гидроокиси калия добавляют сначала по 1,0—0,5 см³ в один прием, а затем, если изменение потенциала превысит 10—15 мВ, по 0,2 см³. В области скачка потенциала объем добавляемого титранта уменьшают до 0,1 см³. Титрование необходимо проводить равномерно, последующую порцию титранта добавляют только после установления показания потенциометра. После достижения скачка потенциала продолжают титрование до тех пор, пока изменение потенциала станет относительно постоянным. Эквивалентную точку находят по графику зависимости измеренного потенциала от добавленного объема титранта или методом второй производной.

Аналогично проводят контрольный опыт с тем же объемом растворителя который использовался для растворения анализируемого продукта.

Титрование проводят при $(25 \pm 10) ^\circ\text{C}$.

3.1—3.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Кислотное число (X) в миллиграммах КОН на 1 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{56,11 \cdot c (V - V_1)}{m},$$

где c — концентрация раствора гидроокиси натрия (калия), моль/дм³;

V — объем раствора гидроокиси натрия (калия), израсходованный на титрование анализируемого продукта, см³;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия (калия), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

m — масса навески анализируемого продукта, г;

56,11 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 мг · экв, мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Кислотное число, мг КОН на 1 г продукта	Допускаемое расхождение между	
	результатами параллельных определений (d)	средними результатами анализа, полученными в различных лабораториях (D)
От 5 до 20	0,5	1,0
» 50 » 100	1,8	1,3
Св. 100 » 150	1,9	1,8
» 150	3,4	2,4

П р и м е ч а н и е. Для абиетиновой смолы $d = 2,4$, $D = 2,7$.

Редактор В. Н. Копысов
Технический редактор Л. А. Кузнецова
Корректор Н. И. Гаврищук
Компьютерная верстка Т. В. Александровой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 05.07.99. Подписано в печать 04.08.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40.
Тираж 146 экз. С 3439. Зак. 1671.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138