

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ И ЩЕЛОЧНОСТИ

Издание официальное

БЗ 11—2004



Москва
Стандартинформ
2006

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ****Методы определения кислотности и щелочности**

Chemical organic products.
Determination of acidity and alkalinity

ГОСТ
28351—89

МКС 71.080.01
ОКСТУ 2409

Дата введения **01.01.91**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения кислотности и щелочности твердых, жидких и пастообразных органических продуктов, растворимых при комнатной или повышенной температуре в воде или в органических растворителях.

1. ВИЗУАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ

1.1. Метод заключается в титровании светлоокрашенного раствора испытуемого продукта спиртовым раствором гидроксида калия в присутствии фенолфталеина.

1.2. Общие положения

Для проведения испытания применяют реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду, не содержащую углекислоту по ГОСТ 4517, если в стандартах на конкретную продукцию нет других указаний.

1.3. Аппаратура, реактивы и растворы

Мешалка магнитная с магнитом, заплавленным в стекло или тефлон.

Колба коническая по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

Холодильник типа ХПТ по ГОСТ 25336.

Пипетки по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227—ГОСТ 29230 вместимостью 5, 10, 25 или 50 см³.

Бюретка по ГОСТ 29251—ГОСТ 29253 вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Калия гидроксид по ГОСТ 24363, спиртовой раствор концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{KOH}) = 0,01$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.3.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Этанол по ГОСТ 18300.

Изопропанол по ГОСТ 9805.

Смеси растворителей: этанол с массовой долей 95 % и этиловый эфир по НТД (1 + 1) или толуол по ГОСТ 5789 (ксилон), этанол с массовой долей 95 %, изопропанол и вода по ГОСТ 6709 (19 + 20 + 1) или другие растворители, если это указано в стандартах на конкретный продукт.

1.4. Подготовка к испытанию

1.4.1. Массу пробы для испытания в зависимости от предполагаемого значения кислотности или щелочности выбирают в соответствии с табл. 1. Пробу взвешивают в конической колбе и растворяют в соответствующем растворителе или в смеси растворителей.

Таблица 1

Предполагаемая кислотность или щелочность, мг КОН/г	Масса пробы, г, около	Точность взвешивания, г, не более	Объем растворителя, см ³	Концентрация титранта, моль/дм ³
До 0,2	50	0,01	100	0,01
Св. 0,2 » 0,5	20	0,01	100	0,01
» 0,5 » 1,0	10	0,001	50	0,01
» 1,0 » 5,0	10	0,001	50	0,1
» 5,0 » 10	10	0,001	50	0,1
» 10 » 25	5	0,001	50	0,1
» 25 » 50	2	0,001	25	0,1
» 50 » 100	1	0,0002	25	0,1
» 100	От 0,5 до 0,2	0,0002	25	0,1

Если в стандарте на конкретный вид продукции нет других указаний, то допускается жидкие продукты с предполагаемой кислотностью или щелочностью ниже 25 мг КОН/г вносить в коническую колбу пипеткой. В этом случае массу вычисляют как произведение объема пробы на ее плотность.

1.4.2. Если в стандарте на конкретный вид продукции нет других указаний, то для растворения испытуемого продукта применяют:

воду — для продуктов, легко растворимых в воде;

этанол с массовой долей 60 % или с массовой долей 95 % или изопропанол с массовой долей 50 % — для продуктов, трудно растворимых в воде;

смеси растворителей в соответствии с п. 1.3 — для продуктов, нерастворимых в воде или в органических растворителях.

Объем растворителя зависит от массы пробы и приведен в табл. 1.

1.4.3. Продукты, трудно растворимые при комнатной температуре, растворяют при повышенной температуре или при температуре кипения растворителя, применяя при этом обратный холодильник и увеличив в два раза объем растворителя. После растворения пробы раствор охлаждают до комнатной температуры, применяя трубку с натронной известью.

1.5. Проведение испытания

К раствору пробы, подготовленному в соответствии с п. 1.4, добавляют 0,1 см³ спиртового раствора фенолфталеина. В колбу вносят магнит и помещают ее на магнитную мешалку. При интенсивном перемешивании раствор титруют спиртовым раствором гидроксида калия (концентрации приведены в табл. 1) до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

Параллельно в тех же условиях, но без пробы проводят контрольный опыт.

1.6. Обработка результатов

1.6.1. Кислотность (X) в миллиграммах КОН на грамм испытуемого продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot M \cdot 56,1}{m}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора гидроксида калия концентрации точно c (КОН) = 0,1 моль/дм³ или точно c (КОН) = 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_2 — объем раствора гидроксида калия концентрации точно c (КОН) = 0,1 моль/дм³ или точно c (КОН) = 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

M — молярная концентрация раствора гидроксида калия, моль/дм³;

56,1 — молярная масса эквивалента гидроксида калия, г/моль;

m — масса пробы испытуемого продукта, г.

1.6.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов не менее двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Кислотность, мг КОН/г	Допускаемое расхождение результатов параллельных определений, мг КОН/г	Воспроизводимость, мг КОН/г
До 0,1	0,03	0,04
Св. 0,1 » 0,5	0,05	0,08
» 0,5 » 1,0	0,08	0,10
» 1,0 » 2,0	0,12	0,20
» 2,0	5 % отн.	6 % отн.

2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ

2.1. Метод заключается в потенциометрическом титровании светло- или темнокрашенного раствора испытуемого продукта спиртовым раствором гидроксида калия.

2.2. Общие положения

Общие положения — по п. 1.2.

2.3. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы — в соответствии с п. 1.3, кроме раствора фенолфталеина.

Стакан химический вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

pH-метр с погрешностью измерения не более 0,05 единицы pH с комплектом стеклянного электрода и электрода сравнения или со сдвоенным электродом или устройство для автоматического потенциометрического титрования.

2.4. Подготовка к испытанию

Подготовка к испытанию — по п. 1.4.

2.5. Проведение испытания

Раствор пробы, подготовленный по п. 1.4, количественно переносят в стакан с магнитом, который устанавливают на магнитную мешалку. В стакан погружают электроды pH-метра и при постоянном перемешивании титруют потенциометрически спиртовым раствором гидроксида калия (концентрация раствора — в соответствии с табл. 1). Объем титранта в точке эквивалентности определяют методом первой или второй производной или графически.

Параллельно в тех же условиях, но без пробы проводят контрольный опыт.

2.6. Обработка результатов

2.6.1. Обработка результатов — по п. 1.6.

2.6.2. Метод применяется при разногласиях в оценке качества продукции.

3. ВИЗУАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЩЕЛОЧНОСТИ

3.1. Метод заключается в титровании светлокрасного раствора испытуемого продукта водным или спиртовым раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина.

3.2. Общие положения

Общие положения — по п. 1.2.

3.3. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы — в соответствии с п. 1.3, кроме раствора гидроксида калия.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, или раствор в изопропанолу концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, или $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³.

3.4. Подготовка к испытанию

Подготовка к испытанию — в соответствии с п. 1.4.

3.5. Проведение испытания

К раствору пробы, подготовленному, как указано в п. 1.4, добавляют 0,1 см³ спиртового раствора фенолфталеина и проводят титрование в соответствии с п. 1.5, применяя в качестве титранта раствор соляной кислоты (концентрации приведены в табл. 1).

3.6. Обработка результатов

3.6.1. Щелочность (X_1) в миллиграммах КОН на грамм испытуемого продукта вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_3 - V_4) \cdot M \cdot 56,1}{m}, \quad (2)$$

где V_3 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ или точно $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_4 — объем раствора соляной кислоты концентрации точно $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ или точно $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

M — молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³;

56,1 — молярная масса эквивалента гидроксида калия, г/моль;

m — масса пробы испытуемого продукта, г.

3.6.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов не менее двух

параллельных определений, расхождение между которыми не превышает значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Щелочность, мг КОН/г	Допускаемое расхождение результатов параллельных определений, мг КОН/г	Воспроизводимость, мг КОН/г
До 0,1	0,03	0,04
Св. 0,1 * 0,5	0,05	0,08
* 0,5 * 1,0	0,08	0,1
* 1,0 * 2,0	0,12	0,20
* 2,0	5 % отн.	6 % отн.

4. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЩЕЛОЧНОСТИ

4.1. Метод заключается в потенциометрическом титровании светло- или темноокрашенного раствора испытуемого продукта водным или спиртовым раствором соляной кислоты.

4.2. Общие положения

Общие положения — по п. 1.2.

4.3. Аппаратура, реактивы и растворы

Аппаратура, реактивы и растворы — по п. 1.3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³ или $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³, или раствор в изопропанолу концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³, или $c(\text{HCl}) = 0,01$ моль/дм³.

Стакан химический по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

pH-метр с погрешностью измерения не более 0,05 единицы pH с комплектом стеклянного электрода и электрода сравнения или с двойным электродом или устройство для автоматического потенциометрического титрования.

4.4. Подготовка к испытанию

Подготовка к испытанию — по п. 1.4.

4.5. Проведение испытания

Испытание проводят, как указано в п. 2.5, применяя в качестве титранта раствор соляной кислоты соответствующей концентрации, указанной в табл. 1, в зависимости от предполагаемой щелочности.

4.6. Обработка результатов

4.6.1. Обработка результатов — по п. 3.6.

4.6.2. Метод применяется при разногласиях в оценке качества продукции.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

З.М. Ривина, М.А. Алешина, Н.В. Ковалевская

2. Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 28.11.89 № 3510 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 6388—88 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта СССР с 01.01.91

3. Срок первой проверки — 1997 г.

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 6353-1—82/Е

6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 3118—77	3.3, 4.3
ГОСТ 4517—87	1.2
ГОСТ 4919.1—77	1.3
ГОСТ 5789—78	1.3
ГОСТ 6709—72	1.3
ГОСТ 9805—84	1.3
ГОСТ 18300—87	1.3
ГОСТ 24363—80	1.3
ГОСТ 25336—82	1.3, 2.3, 4.3
ГОСТ 25794.3—83	1.3
ГОСТ 29169—91	1.3
ГОСТ 29227-91—ГОСТ 29230-91	1.3
ГОСТ 29251-91—ГОСТ 29253-91	1.3

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2005 г.

Редактор *Л.А. Шебарокина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.11.2005. Подписано в печать 23.12.2005. Формат 60 × 84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 70 экз. Зак. 976. С 2270.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.