

**КИСЛОТЫ И СПИРТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ****Метод определения кислотного числа**Synthetic fatty acids and alcohols  
Method for determination of acid value**ГОСТ**  
**22386—77**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 марта 1977 г. № 593 срок действия установлен

с 01.01.1978 г.

до 01.01.1983 г.

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на синтетические жирные кислоты и спирты фракции от  $C_5$  до  $C_{25}$ , кубовый остаток производства синтетических жирных кислот (СЖК) и устанавливает метод определения кислотного числа.

Сущность метода заключается в нейтрализации свободных жирных кислот спиртовым раствором едкого кали в присутствии фенолфталеина.

**1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ**

1.1. Для определения кислотного числа применяют: весы аналитические по ГОСТ 19491—74, типа ВЛА-200, класса точности 2 или другие весы с таким же классом точности;

баню водяную;

шкаф сушильный с терморегулятором;

колбы конические по ГОСТ 10394—72, типа КнКШ или КН, вместимостью 250 мл;

холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 9499—70, типа ХШ или обратный воздушный диаметром около 10 мм, длиной не менее 1100 мм;

цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—74, исполнение 1, вместимостью 25 мл;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1977

бюретку по ГОСТ 20292—74, исполнение 6 или 7, вместимостью 5 или 10 мл;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт, нейтральный;

калия гидрат окиси (кали едкое), х. ч. или ч.д.а., 0,1 и 0,5 н. спиртовые растворы;

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор;

бензол нефтяной для синтеза по ГОСТ 5.960—71;

эфир петролейный по ГОСТ 11992-66, фракции 70—100°C;

силикагель по ГОСТ 3956—76, марки МСМ или МСК;

натрий сернистый безводный по ГОСТ 4166—66.

## 2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Удаление влаги из кислот фракций  $C_5$ — $C_6$  и  $C_7$ — $C_9$ .

Для удаления влаги кислоты фракций  $C_5$ — $C_6$  и  $C_7$ — $C_9$  пропускают через слой свежепрокаленного осушителя (сернистого натрия или силикагеля), помещенного в стеклянную трубку, суживающуюся внизу, диаметром около 10 мм и высотой 150 мм, конец трубки заполняют ватой. Осушитель и кислоты берут в объеме 1:1 или 1:2. Осушитель предварительно прокаливают в сушильном шкафу при температуре 250—350°C в течение 2—3 ч и охлаждают в эксикаторе.

Остальные фракции кислот и спирты не требуют осушки.

2.2. Приготовление раствора едкого кали

Для приготовления 0,5 н. раствора едкого кали навеску массой 30—35 г (для 0,1 н. раствора — 6—7 г) растворяют в очищенном этиловом спирте, дают стоять 2—3 сут, затем декантируют в склянку из темного стекла.

Этиловый спирт очищают путем кипячения с едким кали в течение 30 мин в колбе с обратным холодильником. На 1 л спирта берут 5—10 г едкого кали. Затем перегоняют спирт над едким кали.

Титр раствора устанавливают титрованием 20 мл раствора 0,1 н. или 0,5 н. соляной кислотой, приготовленной из фиксаля.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемого продукта, взятого с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 250 мл.

Количество анализируемого продукта берут по таблице в зависимости от его фракционного состава.

Наименование продукта	Масса продукта, г
Кислоты фракции C <sub>5</sub> —C <sub>6</sub> , C <sub>7</sub> —C <sub>9</sub> , C <sub>10</sub> —C <sub>16</sub> , C <sub>17</sub> —C <sub>20</sub> , C <sub>21</sub> —C <sub>25</sub> и кубовый остаток СЖК	От 0,3 до 0,5 включ. Св. 0,5 » 0,8 » » 0,8 » 1,0 »
Спирты различных фракций	Св. 1,0 20

Навеску кислот растворяют в 20 мл (спиртов в 30 мл) нейтрального этилового спирта. Спирт нейтрализуют 0,1 н. спиртовым раствором едкого кали до слабо-розовой окраски по фенолфталеину. Кубовый остаток СЖК растворяют в 40 мл смеси этилового спирта с бензолом или петролейным эфиром в объеме 1:1.

Для полного растворения кислот фракций от C<sub>10</sub> до C<sub>25</sub>, кубового остатка СЖК и спиртов фракции C<sub>18</sub>—C<sub>25</sub> их нагревают на водяной бане с обратным холодильником.

К раствору анализируемого продукта добавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют кислоты и кубовый остаток СЖК 0,5 н., а спирты 0,1 н. — спиртовым раствором едкого кали до образования слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с. Кислоты фракции от C<sub>5</sub> до C<sub>20</sub>, кубовый остаток СЖК и спирты фракции C<sub>18</sub>—C<sub>25</sub> титруют в горячем состоянии при температуре 40—70°С.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Кислотное число ( $X$ ) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T}{m},$$

где  $V$  — объем раствора едкого кали, израсходованный на титрование, мл;

$T$  — титр раствора едкого кали, мг/мл;

$m$  — масса навески продукта, г.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение не менее двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать: 2 г КОН/г для кислот фракции от C<sub>5</sub> до C<sub>10</sub> и кубового остатка СЖК, 1 мг КОН/г — для остальных фракций кислот и 0,05 мг КОН/г — для спиртов.

Группа Б09

Изменение № 1 ГОСТ 22386—77 Кислоты и спирты жирные синтетические. Метод определения кислотного числа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.03.82 № 1289 срок введения установлен:

с 01.01.83

На обложке и первой странице обозначение стандарта дополнить обозначением: (СТ СЭВ 2535—80).

По всему тексту стандарта заменить слова и единицы измерения: «едкое кали» на «гидроокись калия», «навеска» на «масса», мл на см<sup>3</sup>, и на моль/дм<sup>3</sup>.

Вводная часть Второй абзац изложить в новой редакции дополнить абзацем:

«Сущность метода заключается в титровании спиртового раствора испытуемого продукта спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии фенолфталеина.

Настоящий стандарт в части спиртов полностью соответствует СТ СЭВ 2535—80».

Пункт 1.1 Второй абзац изложить в новой редакции:

«внесы аналитические класса точности 2»;

заменить слова и ссылки: «емкостью 25 мл» на «емкостью 25 или 50 см<sup>3</sup>»; «марки МСМ или МСК» на «марки МСМК или МСКГ»; ГОСТ 3.960—71 на ГОСТ 9572—77, ГОСТ 4166—66 на ГОСТ 4166—76;

восьмой абзац изложить в новой редакции:

«бюретки 1—2—25 или 1—2—50 и 6—2—5 или 7 2—10 по ГОСТ 20292—74»;

десятый абзац изложить в новой редакции:

«калия гидроокись, ч. д. в., по ГОСТ 24353—80, растворы 0,1 и 0,5 моль/дм<sup>3</sup>».

Пункт 2.2. Последний абзац. Заменить слово: «Титр» на «Концентрация».

Пункт 3.1. Таблица. Графа «Масса продукта, г». Заменить значение: 20 на 8—10;

второй абзац. Исключить слова: «(спиртов в 30 мл)»;

(Продолжение см. стр. 48)

47

последний абзац. Заменить значение: 30 с на 1 мин.

Пункт 4.1 изложить в новой редакции:

«4.1. Кислотное число ( $X$ ) в мг КОН/г испытуемого продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 5,61}{m}$$

или

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 28,05}{m}$$

где  $V$  — объем спиртового раствора гидроксида калия 0,1 или 0,5 моль/дм<sup>3</sup> израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — поправочный коэффициент спиртового раствора гидроксида калия 0,1 или 0,5 моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  — масса продукта, г;

5,61 — количество гидроксида калия, соответствующее 1 см<sup>3</sup> спиртового раствора гидроксида калия 0,1 моль/дм<sup>3</sup>;

28,05 — количество гидроксида калия, соответствующее 1 см<sup>3</sup> спиртового раствора гидроксида калия 0,5 моль/дм<sup>3</sup>.

Пункт 4.2. Заменить значение: 2 г КОН/г на 2 мг КОН/г.

(ИУС № 6 1982 г.)

**Изменение № 2 ГОСТ 22386—77 Кислоты и спирты жирные синтетические. Метод определения кислотного числа**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.06.87 № 1931**

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409

Пункт 1.1. Пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции: «колба Кн-1—250—29/32 ТС или Кн-2—250—40 ТХС по ГОСТ 25336—82 или другого типа с аналогичными параметрами;

*(Продолжение см. с. 60)*

холодильник ХШ-1—200—29/32 ХС по ГОСТ 25336—82;  
исключить слова: «по ГОСТ 11992—66».

(ИУС № 9 1987 г.)

---