

23631-79

Мул. 1



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ
НЕОМЫЛЯЕМЫХ ВЕЩЕСТВ

ГОСТ 23631-79

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

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

КИСЛОТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Рефрактометрический метод определения
содержания неомыляемых веществSynthetic fat acids. Determination of
unsaponifiables content. Refractometric methodГОСТ
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 $0,5^\circ C$.

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.

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 гидроксид, ч. д. а.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Гидроксид калия измельчают в фарфоровой ступке до порошкообразного состояния и сушат при температуре 105—115°C 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 гидроксидом калия, взятой в 4-кратном количестве по отношению к кислотному числу.

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

Таблица 1

Фракция кислот	Масса навески, г	
	кислот	гидроксида калия
C ₅ —C ₁₀	1,0—1,2	1,5—1,9
C ₁₁ —C ₂₀	0,8—1,0	0,9—1,0

Массу навески гидроксида 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

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

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, допустимое расхождение 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 ликнометром 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_D') при температуре определения								Плотность (ρ') при температуре определения							
	28°C	30°C	35°C	50°C	55°C	60°C	65°C	23°C	30°C	35°C	50°C	55°C	60°C	65°C		
	C_6-C_6	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		
$C_{17}-C_{20}$	—	—	—	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 см³.

Раздел I. 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.

Кодба по ГОСТ 25336—82, типа Кн-1, вместимостью 10—50 см³.

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: C₅—C₉, C₉—C₁₀, C₁₂—C₁₃, C₁₂—C₁₆.

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 неомыляемых вещества	%	
	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)

45. 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
Тяп. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 774