

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Й І С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЙОДНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ЛЕСОХИМИЧЕСКИЕ

Метод определения йодного числа

Wood chemical products.

Method for the determination of iodine number

ГОСТ
17823.2-72МКС 71.100.99
ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.73

Настоящий стандарт распространяется на лесохимические продукты и устанавливает метод определения йодного числа талловых жирных кислот (ТЖК) и других лесохимических продуктов.

Йодное число показывает массу граммов йода, эквивалентную галогену, присоединившемуся к 100 г анализируемого продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Пробы для анализа отбирают по ГОСТ 29269.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для определения йодного числа применяют:

весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г;

термометр ртутный стеклянный лабораторный с ценой деления 1 °С, обеспечивающий изменение температуры от 0 до 100 °С;

бюretки вместимостью 25 или 50 см³;

колбы типа Кн по ГОСТ 25336 исполнения 1 вместимостью 250 или 500 см³;

колбы мерные по ГОСТ 1770 исполнения 2 вместимостью 100 и 1000 см³;

пипетку вместимостью 25 см³;

цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 10 и 100 см³;

фильтры обеззоленные «белая» или «черная лента»;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

калий бромистый по ГОСТ 4160;

калий бромноватистокислый по ГОСТ 4457;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220 или его стандарт нормадозы, раствор молярной концентрации с 1/6 ($K_2Cr_2O_7$) = 0,1 моль/дм³;

калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 20 %;

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 30 %;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 20 %;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %;

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068 или его стандарты нормадозы, раствор молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ и раствор молярной концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³;

натрий углекислый по ГОСТ 83 или натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84;
углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

2.2. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реагентов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление растворов бромид-броматной смеси

3.1.1. Навеску ($2,784 \pm 0,005$) г бромноватокислого калия растворяют в 50 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см³, добавляют ($18,0 \pm 0,1$) г бромистого калия и доводят объем раствора водой до метки.

3.1.2. При анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, раствор бромид-броматной смеси готовят следующим образом: ($5,568 \pm 0,005$) г бромноватокислого калия растворяют в 200 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, добавляют ($36,0 \pm 0,1$) г бромистого калия и доводят объем раствора водой до метки.

Если раствор мутный, его фильтруют через бумажный фильтр.

3.1.1, 3.1.2. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

3.2. Для приготовления раствора тиосульфата натрия используют свежепрокипяченную и охлажденную дистиллированную воду.

Раствор тиосульфата натрия готовят в мерной колбе вместимостью 1000 см³, растворяя ($25,0 \pm 0,1$) г тиосульфата натрия в 100 см³ воды и доводя объем раствора водой до метки. К полученному раствору добавляют ($0,20 \pm 0,01$) г углекислого натрия и оставляют его в темном месте на 14 сут. Затем по п. 3.6 определяют точную концентрацию приготовленного раствора.

Раствор тиосульфата натрия, приготовленный из стандарта нормадозы концентрации 0,1 моль/дм³, сразу же используют для анализа.

Раствор тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/дм³ готовят разбавлением раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³.

Раствор тиосульфата натрия хранят в темной склянке.

3.3. Приготовление бесцветного раствора йодистого калия

Если раствор йодистого калия имеет желтоватую окраску (что свидетельствует о наличии свободного йода в растворе), к нему добавляют по каплям раствор тиосульфата натрия концентрации 0,01 моль/дм³ до полного обесцвечивания.

3.4. Приготовление раствора двухромовокислого калия

4,9032 г дважды перекристаллизованного и высущенного при 140 °С двухромовокислого калия растворяют в 1000 см³ воды или готовят раствор в мерной колбе вместимостью 1000 см³ из стандарта нормадозы концентрации 0,1 моль/дм³.

3.5. Раствор крахмала готовят по ГОСТ 4919.1.

3.2—3.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Определение точной концентрации раствора тиосульфата натрия

В коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 500 см³ помещают ($2 \pm 0,05$) г йодистого калия, растворяют в 1 см³ воды и прибавляют 5 см³ раствора соляной или серной кислоты. Затем приливают точно 20 см³ раствора двухромовокислого калия, колбу закрывают пробкой и оставляют на 5 мин в темном месте. После этого разбавляют водой до 200 см³ и титруют при постоянном взвешивании тиосульфатом натрия до желто-зеленой окраски. Затем прибавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения окраски.

Точную концентрацию раствора тиосульфата натрия (c), моль/дм³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{0,1 \cdot 20}{V},$$

где 0,1 — концентрация раствора двухромовокислого калия, приготовленного по п. 3.4, моль/дм³;

20 — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для анализа, см³;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

За точную концентрацию раствора тиосульфата натрия принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимые расхождения между которыми не должны превышать 0,001 моль/дм³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 250 или 500 см³ вносят навеску анализируемого продукта, результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Величину навески определяют по таблице, исходя из предполагаемого йодного числа.

Йодное число, г йода на 100 г продукта	Навеска пробы, г
От 5 до 20	1,0±0,1
Св. 20 » 50	0,6±0,1
» 50 » 100	0,3±0,05
» 100 » 150	0,15±0,02
» 150 » 200	0,10±0,01

Масса навески при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, — (0,15±0,01) г.

4.2. К навеске приливают 10 см³ четыреххлористого углерода и осторожно взбалтывают содержимое колбы до полного растворения пробы.

Затем из пипетки приливают точно 5 см³ раствора бромид-броматной смеси, приготовленной по п. 3.1.1 (при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, — 25 см³ раствора бромид-броматной смеси, приготовленной по п. 3.1.2), быстро добавляют 2 см³ раствора серной кислоты, отмеренные цилиндром вместимостью 10 см³, колбу плотно закрывают пришлифованной стеклянной пробкой, которую притирают; содержимое колбы осторожно перемешивают и оставляют колбу в темном месте на 10 мин (при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, — на 90 мин) при комнатной температуре.

После этого в колбу быстро приливают 10 см³ раствора йодистого калия, отмеренного цилиндром вместимостью 10, 25 см³ воды (при анализе ТЖК, полученных из лиственного или смеси лиственного и хвойного сырья, воду не добавляют), и выделившийся йод при энергичном взбалтывании быстро оттитровывают раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ из бюретки вместимостью 50 см³, до соломенно-желтой окраски раствора.

Затем вводят 1—2 см³ раствора крахмала, отмеренного цилиндром вместимостью 10 см³, и при энергичном взбалтывании продолжают титрование, приливая раствор тиосульфата натрия по каплям и тщательно перемешивая содержимое колбы после добавления каждой капли, до исчезновения появившейся после прибавления раствора крахмала синей окраски.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Параллельно проводят контрольный опыт без анализируемого продукта.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Йодное число (X) в граммах йода на 100 г продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,01269 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в основном опыте, см³;

0,01269 — масса йода, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса пробы, взятая для анализа, г.

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух или четырех (при этом в темном месте содержимое колбы выдерживают при температуре (20±2) °С) параллельных определений.

Количество параллельных определений указывают в НТД на продукт.

Относительное расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать допускаемое расхождение, равное для двух определений — 2 %, для четырех — 2,6 %.

Относительное расхождение результатов анализа, полученное в разных лабораториях, не превышает допускаемое расхождение, равное 3 %.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

П.П. Поляков, А.С. Масленников, Т.П. Табачкова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 04.07.72 № 1350

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83-79	2.1	ГОСТ 4919.1-77	3.5
ГОСТ 84-76	2.1	ГОСТ 6709-72	2.1
ГОСТ 1770-74	2.1	ГОСТ 10163-76	2.1
ГОСТ 3118-77	2.1	ГОСТ 20288-74	2.1
ГОСТ 4160-74	2.1	ГОСТ 24104-2001	2.1
ГОСТ 4204-77	2.1	ГОСТ 25336-82	2.1
ГОСТ 4220-75	2.1	ГОСТ 27068-86	2.1
ГОСТ 4232-74	2.1	ГОСТ 29269-91	1.1
ГОСТ 4457-74	2.1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)

6. ИЗДАНИЕ (апрель 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1989 г., марте 1995 г. (ИУС 1-90, 6-95)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 05.06.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 70 экз.
С 10797. Зак. 168.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Коломенский пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов