

DB13

河北省地方标准

DB 13/T 1218—2010

有机化工产品中皂化值测定方法

2010 - 05-10 发布

2010 - X05-25 实施

河北省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由河北省产品质量监督检验院提出。

本标准起草单位：河北省产品质量监督检验院。

本标准主要起草人：齐威毅、连智勇、王杰卫。

有机化工产品中皂化值测定方法

1 范围

本标准规定了用酸碱滴定方法测定有机化工产品中皂化值的方法

本标准适用于有机化工产品中皂化值的测定，不适用难以皂化和含矿物酸的产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696: 1987, MOD）

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备（ISO 6353-1: 1982, NEQ）

3 方法原理

将试样中的酯在加热条件下与一定量过量的氢氧化钾乙醇溶液进行皂化反应，以酚酞或（碱性蓝 6 B）做指示剂，用盐酸标准溶液滴定过量的氢氧化钾-乙醇。同时做空白试验，从而计算出试样的皂化值。

4 试剂

分析中采用符合GB/T 6682—2008的三级水，使用试剂均为分析纯。

4.1 精制乙醇：将1.5 g硝酸银溶于3 ml的水中，并加入到已贮存于具塞玻璃瓶内的1L95%乙醇中，进行充分混合。将3 g氢氧化钾溶于10~15 ml的热95%乙醇中，冷却后缓慢加入到硝酸银乙醇溶液中，轻轻搅拌混合液，让析出的氧化银沉淀，虹吸出澄清的溶液，在水浴上蒸馏。弃去最初的5%和最终的5%溜出液。

注：已发现用99%的异丙醇代替精制乙醇，可以得到很满意的结果，但仲裁时，不允许取代。

4.2 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ ，按照GB/T 601—2002（化学试剂 标准滴定溶液的制备

）规定方法进行配制和标定

4.3 酚酞指示剂：10 g/L，按照 GB/T 603—2008（化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备）规定方法进行配制

4.4 碱性蓝 6 B 指示剂：25 g/L，称取碱性蓝 6 B 2.5 g，溶于乙醇（4.1）中，并用乙醇稀释至 100 ml。

4.5 中性乙醇：在 95%乙醇（4.1）中加酚酞指示剂数滴，用 0.1 mol/L 氢氧化钠中和至微红色。

4.6 氢氧化钾-乙醇标准溶液： $c(\text{KOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 溶液，用精制乙醇（4.1）配制。按照 GB/T 601—2002（自闭式放泄阀）规定方法进行配制和标定。

5 仪器

除实验室常规仪器外，还包括下列仪器设备：

5.1 电热恒温水浴

5.2 回流冷凝装置：带磨口玻璃接头，与锥形瓶匹配

- 5.3 磨口锥形瓶：250 mL, 硼硅酸盐玻璃，配有磨口玻璃塞子
- 5.4 滴定管：50 mL
- 5.5 移液管：50 mL
- 5.6 分析天平或电子天平：分度值为 0.1 mg

6 操作步骤

6.1 样品的制备

于锥形瓶中称取若干克样品（称准至 0.0002 克）。
以皂化值（以 KOH 计）170 mg/g~200 mg/g 称样量 2 g 为基础，对不同范围皂化值样品，以称样约为一半氢氧化钾-乙醇溶液被中和为依据进行改变。推荐的称样量见表 1。

表 1 试样称取质量

估计的皂化值（以 KOH 计）(mg/g)	取样量 (g)
0~≤15	20.0
15~≤30	10.0
30~≤70	5.0
70~≤110	3.0
110~≤150	2.5
150~≤200	2.0
200~≤250	1.5
250~≤300	1.2
>300	1.0

6.2 测定

6.2.1 称取若干克样品（称准至0.000 2克），置于250毫升磨口锥形瓶中，用移液管准确加入50毫升0.5 mol/L氢氧化钾-乙醇溶液，然后装上回流冷凝管，在水浴上维持微沸状态回流半小时至2小时（视样品性质而定，越难以皂化的样品，回流时间越长），勿使蒸汽逸出冷凝管。取下冷凝管，用10毫升中性乙醇冲洗冷凝器的内壁和塞的下部，加3滴酚酞指示剂或碱性蓝6 B指示剂，用0.5 mol/L 盐酸标准溶液滴定剩余的氢氧化钾。当指示剂的颜色消失后，再加入几滴指示剂溶液，如果加入指示剂后滴定溶液又呈现了颜色，则继续滴定至颜色消失，再加入几滴指示剂。当指示剂的颜色完全消失，再加入指示剂后溶液不呈现颜色或由粉红色变为蓝色时，则表明已滴定到终点。记录盐酸标准溶液的用量V₂（mL）。

6.2.2 除不加试样外，其余按6.2.1的规定，作空白试验，

6.2.3 对含蜡的样品，为了防止在滴定过程中试样固化，若有必要，可以再加热溶液。

7 结果表述

7.1 试样的皂化值 SV（mgKOH/g）按式（1）计算：

$$SV = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times 56.11}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

SV ——试样的皂化值, 毫克每克 (mgKOH/g)

V_0 ——空白试验耗用盐酸标准溶液的体积, 毫升 (ml)

V_r ——滴定样品耗用盐酸标准溶液的体积, 毫升 (ml)

C ——盐酸标准溶液的摩尔浓度, 摩尔/升 (mol/L)

m ——样品质量, 克;

56.11——KOH 的摩尔质量, g/mol;

7.2 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

8.1 重复性 同一操作者用同样的仪器、在相同的实验条件下对同一试验进行重复测定, 所得的两个结果之差不得超过图1所示数据。

8.2 再现性 不同的操作者在不同的试验室对同一试样进行测定, 所得的两个独立的结果之差不得超过图1所示数据。

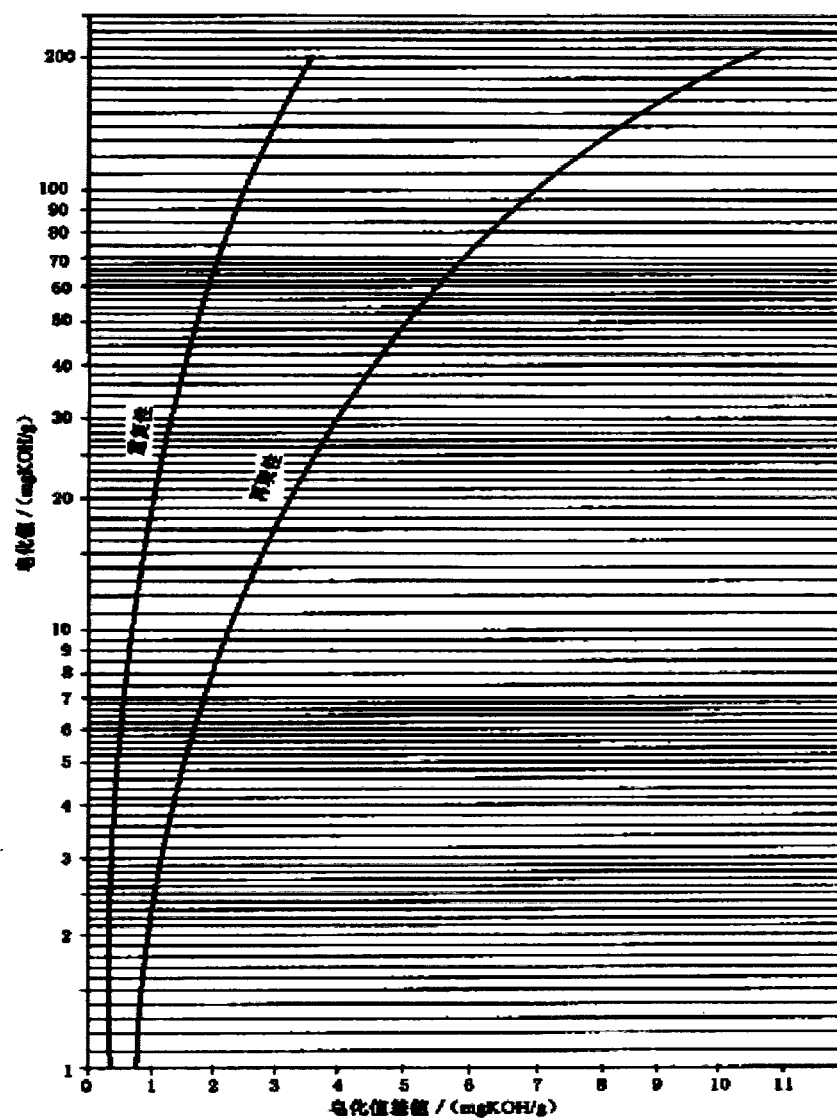


图 1