



## МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ \* 4326

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION  
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION  
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

---

### НЕИОНОГЕННЫЕ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА. ПОЛИОКСИЭТИЛИРОВАННЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА.  
МЕТОД С ПРИМЕНЕНИЕМ УКСУСНОГО  
АНГИДРИДА

Первое издание

Цена 3 коп.

Группа J29

---

УДК 661.185.4 : 543.854

Рег. № ИСО 4326—80

Дескрипторы: поверхностно-активные вещества,  
неионогенные ПАВ, полиокси-  
этилированные соединения, хи-  
мический анализ, определение,  
гидроксильное число

1984

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Международная организация по стандартизации (ИСО) представляет собой объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты—члены ИСО). Разработка международных стандартов осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый комитет-член может принимать участие в работе любого технического комитета по интересующему его вопросу. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, перед утверждением их Советом ИСО в качестве международных стандартов направляются на рассмотрение всем комитетам-членам.

Международный стандарт ИСО 4326 разработан Техническим комитетом ИСО/ТК 91 «ПАВ» и разослан комитетам-членам в июне 1976 г.

Его одобрили следующие комитеты-члены:

Австралия	Мексика	Филиппины
Австрия	Нидерланды	Франция
Бельгия	Новая Зеландия	ФРГ
Бразилия	Польша	Чили
Великобритания	Румыния	Швейцария
Индия	СССР	ЮАР
Ирландия	США	Япония
КНДР	Турция	

Комитет-член Испания возражал против принятия настоящего документа по техническим причинам.

НЕИОНОГЕННЫЕ ПОВЕРХНОСТНО-  
АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА.  
ПОЛИОКСИЭТИЛИРОВАННЫЕ  
ПРОИЗВОДНЫЕ



Определение гидроксильного числа.  
Метод с применением уксусного  
ангидрида

Non-ionic surface active agents.  
Polyethoxylated derivatives. Determination  
of hydroxyl value. Phthalic anhydride  
method

Per. № ИСО  
4326—80

## ВВЕДЕНИЕ

Классический метод определения гидроксильного числа, описанный в этом международном стандарте, требует, ввиду токсичности пиридина и уксусного ангидрида, проведения всех работ, в том числе и титрования, в вытяжном шкафу с хорошей вентиляцией. Но доводим до сведения, что в приложении к ИСО 4327 описано проведение определения при помощи специального прибора, позволяющего снизить опасность воздействия пиридина и уксусного ангидрида.

## 1. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящий международный стандарт описывает метод определения гидроксильного числа полиоксиэтилированных продуктов конденсации путем этерификации гидроксильных групп уксусным ангидридом.

## 2. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Данный метод применяют для определения гидроксильного числа от 10 до 1000 в полиоксиэтилированных продуктах конденсации алифатических и алициклических соединений (в частности, в продуктах присоединения окиси этилена к первичным и жирным кислотам).

Однако некоторые вещества, присутствующие в этих продуктах, могут реагировать с уксусным ангидридом или со стандартным титрованным раствором гидроокиси натрия, что искажает результаты анализа:

первичные и вторичные амины, амиды, третичные спирты, тиолы и эпоксидные смолы вступают в побочные реакции;

жирные кислоты с длинными цепями и сложные эфиры образуют ангидриды более устойчивые, чем уксусный ангидрид, неполностью разлагающиеся по окончании анализа;

другие свободные кислоты обуславливают ошибки результатов за счет взаимодействия со стандартным титрованным раствором гидроокиси натрия;

основания, включая некоторые третичные амины, связывают образовавшуюся уксусную кислоту. В этих случаях следует сделать поправку на кислотность или щелочность (см. МС ИСО 4314).

Хотя эпоксидные смолы и искажают результаты анализа, метод применим, если их можно удалить путем вакуумперегонки на холоду без изменения гидроксильного числа.

Таким путем можно удалить свободную окись этилена при содержании свыше 0,5% (по массе).

Присутствующая в образце вода взаимодействует с уксусным ангидридом, тем не менее этот метод можно применять без всякого риска, если учитывать указанные ниже предостережения. Этот метод не применим к пропоксилированным продуктам.

### 3. ССЫЛКИ

- МС ИСО 607 Поверхностно-активные вещества и моющие средства. Методы деления пробы.
- МС ИСО 2211 Жидкие химические продукты. Измерение цвета в единицах Хазена (платиново-кобальтовая шкала).
- МС ИСО 4314 Поверхностно-активные вещества. Определение свободной щелочности или свободной кислотности. Титриметрический (объемный) метод.
- МС ИСО 4317 Поверхностно-активные вещества. Определение содержания воды. Метод К. Фишера.
- МС ИСО 4327 Неионогенные поверхностно-активные вещества. Полиалкоксилированные производные. Определение гидроксильного числа. Метод с применением фталевого ангидрида.

### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

**Гидроксильное число I (ОН)** — количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации уксусной кислоты, образующейся при ацетилировании гидроксильных групп в 1 г продукта, или количество миллиграммов гидроксида калия, соответствующее содержанию гидроксильных групп в 1 г продукта.

**Примечание.** Количество молей гидроксида калия, соответствующее гидроксильному числу, равно количеству гидроксильных групп, содержащихся в 1 кг продукта.

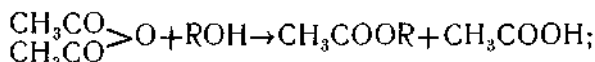
### 5. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Этерификация гидроксильной группы уксусным ангидридом в пиридиновом растворе. Гидролиз избытка уксусного ангидрида водой. Нейтрализация кислоты, образующейся при этерификации, и уксусной кислоты, образующейся в процессе гидролиза, раствором

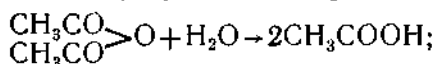
гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина в качестве индикатора. Вычисление гидроксильного числа по разности объемов раствора гидроокиси натрия, израсходованного для титрования в контрольном опыте и в опыте с пробой.

## 6. РЕАКЦИИ

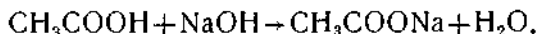
а) этерификация



б) гидролиз избытка уксусного ангидрида



в) нейтрализация образующейся уксусной кислоты



## 7. РЕАКТИВЫ

Применяют реактивы ч.д.а. и дистиллированную воду или воду, соответствующую ей по чистоте.

7.1. Пиридин, точка кипения 114,5—115,5°C.

7.2. Уксусный ангидрид. Раствор в пиридине (ацетилирующий реактив).

Тщательно перемешивают 1 объемную часть уксусного ангидрида (97%-ный раствор) и 10 объемных частей пиридина (п. 7.1), избегая при этом перегрева.

Хранят в емкости из темного стекла со стеклянной притертой пробкой. Если окраска раствора при оценке по платиново-кобальтовой шкале превышает 200 единиц по Хазену (определение проводят в соответствии с ИСО 2211), то этот раствор применять нельзя.

7.3. Гидроокись натрия, 0,5 н, стандартный титрованный раствор.

7.4. Фенолфталеин, раствор в пиридине 10 г/л.

1 г фенолфталеина [3,3-бис (4-оксифенил/фталид)] растворяют в 100 мл пиридина (п. 7.1).

## 8. ОБОРУДОВАНИЕ

Обычный лабораторный прибор и:

8.1. Бюретка вместимостью 50 мл (в соответствии с требованиями, описанными в классе А ИСО Р 385).

8.2. Плоскодонные колбы вместимостью 250 мл с коническими пришлифованными пробками.

8.3. Воздушные холодильники высотой 800 мм с коническими шлифами.

8.4. Пипетки вместимостью 15 и 25 мл с одной отметкой по МС ИСО 648.

## 9. ОТБОР ПРОБ

Лабораторные пробы полиоксиэтилированных поверхностно-активных веществ готовят и хранят по МС ИСО 607.

## 10. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Все необходимые приборы должны быть абсолютно чистыми и сухими.

### 10.1. Проба

Важно знать приблизительное содержание воды в пробе. В случае необходимости содержание воды в пробе определяют по МС ИСО 4317.

В сухую и предварительно тарированную колбу (п. 8.2) отвешивают с точностью до 0,001 г навеску лабораторной пробы (см. таблицу):

Гидроксильное число I (ОН)	Навеска пробы, г
Менее 40	8—10
40—200	$\frac{389}{I(\text{ОН})} \pm 0,5$
Свыше 200	$\frac{380+100}{I(\text{ОН})}$

Примечание При содержании воды 0,25—1% (м/м) масса ( $m_0$ ) пробы в граммах не должна превышать

$$\frac{9,3(V_0 + 25)}{I(\text{ОН}) + 32(\text{H}_2\text{O})},$$

где  $V_0$  — объем стандартного титрованного раствора гидроксида натрия (п. 7.3), применяемого в контрольном опыте (п. 11), мл;

$I(\text{ОН})$  — установленное гидроксильное число, мг КОН/г;

$\text{H}_2\text{O}$  — содержание воды в пробе, %

**Предупреждение.** Все описанные ниже операции следует проводить в вытяжном шкафу с хорошей вентиляцией.

### 10.2. Определение

#### 10.2.1. Ацелирование

В колбу осторожно с помощью пипетки помещают точно 15 мл ацетилирующего реактива (п. 7.2). Шлиф холодильника смачивают пиридином (п. 7.1) и соединяют холодильник (п. 8.3) с колбой. Взбалтывают для перемешивания содержимого. Колбу нагревают в течение 1 ч на кипящей водяной бане, содержимое колбы должно быть ниже уровня воды. После нагревания приблизительно в течение 10 мин содержимое колбы взбалтывают.

#### 10.2.2. Гидролиз и титрование избытка реагента

В колбу добавляют через холодильник 2 мл воды и встряхивают. Колбу нагревают на кипящей водяной бане в течение 5 мин. Охлаждают колбу с содержимым до температуры ниже 30°C. Через холодильник прибавляют 70 мл воды. Снимают холодильник и ополаскивают шлиф водой.

С помощью пипетки (п. 8.4) помещают в колбу 25 мл стандартного титрованного раствора (п. 7.3).

В колбу прибавляют 0,2 мл раствора фенолфталеина в качестве индикатора (п. 7.4) и титруют при энергичном размешивании стандартным титрованным раствором гидроокиси натрия (п. 7.3) до сохранения розовой окраски раствора в течение 15 с.

#### 10.2.3. Контрольный опыт

Параллельно с анализом пробы проводят контрольный опыт, используя те же самые реактивы, только воды берут 2—3 капли.

## 11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 11.1. Метод расчета

Гидроксильное число I(OH), соответствующее взятой пробе, вычисляют по формуле

$$\frac{(V_0 - V_1) \cdot T \cdot 56,10}{m_0} + C,$$

где  $V_0$  — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование в контрольном опыте, мл;

$V_1$  — объем стандартного титрованного раствора гидроокиси натрия, израсходованного на титрование испытуемой пробы, мл;

$T$  — точная нормальность стандартного титрованного раствора гидроокиси натрия;

$C$  — положительное значение кислотного числа или отрицательное значение щелочного числа продукта (МС ИСО 4314); этим числом можно пренебречь, если оно равно или меньше 0,3;

$m_0$  — вес пробы для испытания, г.

## 11.2. Точность

Для соединений с гидроксильным числом 40 или более сравнительные анализы дают следующие статистические результаты.

### 11.2.1. Повторяемость

Разница между результатами двух опытов, проводимых с одним и тем же образцом одновременно или последовательно одним и тем же аналитиком на одном и том же приборе не должна превышать 1,1% от средней величины.

### 11.2.2. Воспроизводимость

Разница между результатами испытания одного и того же образца в двух различных лабораториях не должна превышать 2,8% от средней величины.

## 12. ОТЧЕТ ОБ ИСПЫТАНИЯХ

В отчет должны войти:

- а) полная характеристика испытуемого образца;
- б) ссылка на применяемый метод (ссылка на настоящий международный стандарт);
- в) результаты анализа и использованный метод выражения их;
- г) условия проведения анализа;
- д) все подробности или особенности в проведении анализа, не предусмотренные настоящим международным стандартом, способные влиять на результаты.

---

Редактор *Т. И. Василенко*  
Технический редактор *Н. В. Келейникова*  
Корректор *Е. И. Евтеева*

Слано в наб 13 09 83  
0,5 усл. кр.-отт.

Подп. в печ. 10.05 84  
0,45 уч.-изд. л. Тир. 800

0,5 усл. п. л.  
Цена 3 коп.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник» Москва, Ляля пер., 6. Зак. 1106