



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Растворители летучие и сырье для химической промышленности

Определение кислотности методом титрования

ASTM D 1613-06 Standard test method for acidity in volatile solvents and chemical intermediates used in paint, varnish, lacquer, and related products, IDT

СТ РК АСТМ Д 1613 – 2010

Издание официальное

Данный государственный стандарт основан на ASTM D 1613-06 «Standard test method for acidity in volatile solvents and chemical intermediates used in paint, varnish, lacquer, and related products», авторское право принадлежит АСТМ Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением АСТМ Интернешнел

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» и Товариществом с ограниченной ответственностью «Sonar Consulting and Trading Company Ltd»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 6 декабря 2010 г. № 545-од

3 Настоящий стандарт идентичен Американскому национальному стандарту ASTM D 1613-06 Standard test method for acidity in volatile solvents and chemical intermediates used in paint, varnish, lacquer, and related products, IDT (Стандартный метод определения кислотности летучих растворителей и промежуточных химических соединений в красках, лаках и родственных продуктах), авторское право принадлежит ASTM Интернешнел, 100 Барр Харбор Драйв, Вест Конекшен, Штат Пенсильвания, 19428, США. Переиздается с разрешением ASTM Интернешнел.

Американский национальный стандарт разработан Комитетом D01 ASTM по краскам и сопутствующим покрытиям, материалам и способам нанесения; прямую ответственность за данный метод несет Подкомитет D01.35 по растворителям, пластифицирующим добавкам и промежуточным химическим соединениям.

Официальный экземпляр Американского национального стандарта ASTM D 1613 – 06, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на которые даны ссылки, имеется в Комитете технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан.

Настоящий стандарт подготовлен на основе перевода на русский язык, выполненного ТОО «INSEL», аутентичность подтверждена РГП «КазИнСт».

Перевод с английского языка (en).

В настоящий стандарт внесены редакционные изменения в связи с особенностями построения государственной системы технического регулирования, которые выделены по тексту курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования Американского национального стандарта.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные международные стандарты, международные документы актуализированы.

Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов ссылочным международным стандартам, приведены в дополнительном Приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 В настоящем стандарте реализованы нормы закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-П

**5 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2017 год
5 лет

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом указателе «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», а текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Государственные стандарты Республики Казахстан». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Государственные стандарты Республики Казахстан»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Краткое описание метода	2
4	Значимость и применение	2
5	Аппаратура	2
6	Чистота реактивов	2
7	Реактивы	3
8	Процедура	3
9	Расчеты	3
10	Отчет	4
11	Точность и погрешность	4
<i>Приложение Д.А (информационное) Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов ссылочным международным стандартам (международным документам)</i>		5

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Растворители летучие и сырье для химической промышленности
Определение кислотности методом титрованияStandard test method for acidity in volatile solvents and chemical intermediates used
in paint, varnish, lacquer and related products

Дата введения 2012-01-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения полной кислотности относительно уксусной кислоты, в концентрациях ниже 0,05 %, в органических соединениях и углеродных смесях, *используемых при производстве красок, лаков, а также в применяемых растворителях и разбавителях для лакокрасочных изделий.* Область применения указанного метода распространяется на такие смеси, как низкомолекулярные насыщенные и ненасыщенные спирты, кетоны, простые и сложные эфиры, углеводородные растворители, керосин и другие легкие фракции из нефтяных дистиллятов.

1.2 В целях определения соответствия измеренного значения или расчетного значения применяемым спецификациям с использованием данного метода, результаты испытаний должны округляться «до ближайшего разряда» в последней правой цифре, применяемой в выражении предельного значения спецификации, согласно способу округления, приводимому в практическом методе в соответствии с ASTM E 29.

1.3 *Результаты измерений должны быть выражены в узаконенных единицах величин.* Указанные в круглых скобках значения приводятся для информации.

1.4 Информацию и рекомендации по мерам предосторожности смотрите в предоставляемом поставщиком справочном листке по безопасности материалов.

1.5 Настоящий стандарт не претендует на рассмотрение всех связанных с его использованием вопросов безопасности, если это имеет место. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за внедрение подходящих практических методов обеспечения безопасности и охраны труда, а также за определение применимости нормативно-правовых ограничений перед использованием настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

СТ РК 1.9-2007 Государственная система технического регулирования Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов иностранных государств, других нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК АСТМ Д 1613 – 2010

ASTM D 770-05* Specification for isopropyl alcohol (Спецификации на изопропиловый спирт).

ASTM D 1193-06* Specification for reagent water (Вода реактивной чистоты. Технические условия).

ASTM E 29-08* Practice for using significant digits in test data to determine conformance with specification (Стандартная методика использования значащих цифр в данных по испытаниям для определения соответствия техническим условиям).

ASTM E 200-08* Practice for preparation, standardization and storage of standard and reagent solutions for chemical analysis (Практический метод для приготовления, стандартизации и хранения эталонных растворов и жидких реактивов для химического анализа).

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации Республики Казахстан», по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Краткое описание метода

Образец смешивается с равным объемом воды или равным объемом спирта и титруется водным раствором гидроксида натрия до конечной точки титрования в присутствии индикатора фенолфталеина.

4 Значимость и применение

4.1 Настоящий метод полезен для определения низких уровней кислотности, менее 0,05 %, в органических соединениях и углеводородных смесях. Общая кислотность рассчитывается относительно уксусной кислоты или в миллиграммах гидроксида натрия на грамм образца.

4.2 Кислотность может увеличиваться в результате загрязнения, разложения в процессе хранения, или производства. Настоящий метод может использоваться при оценке соответствия техническим условиям.

5 Аппаратура

5.1 Бюретка, 10 см³, градуированная делениями по 0,05 см³.

5.2 Коническая колба Эрленмейера, объем 250 см³.

6 Чистота реактивов

6.1 При проведении испытаний по методу определения кислотности, описанному в настоящем стандарте, должны использоваться химически чистые реактивы. При отсутствии иных требований предполагается, что все реактивы должны соответствовать техническим требованиям соответствующих нормативных документов. Разрешается

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9.

использовать реактивы других классов при условии установления высокой степени чистоты реактива для его применения без снижения точности определения.

6.2 При отсутствии иных требований подразумевают использование воды лабораторного назначения, соответствующей Типу IV в соответствии с ASTM D1193.

7 Реактивы

7.1 Спирты, очищенные, этиловый или изопропиловый

ПРИМЕЧАНИЕ Изопропиловый спирт (степень чистоты 99 %), соответствующий спецификации в соответствии с ASTM D 770 или этиловый спирт 190, подходит для использования в качестве растворителя. Применение метилового спирта не рекомендуется.

7.2 Фенолфталеиновый индикаторный раствор, (10 г/дм³)

Растворяют 1 г фенолфталеина в этиловом или изопропиловом спирте (см. Примечание, 7.1) и разбавляют спиртом до получения 100 см³.

7.3 Гидроксид натрия, эталонный раствор (0,05 N)

Готовят стандартный образец раствора 0,05 N гидроксида натрия (NaOH) (см. Примечание, 7.3) в соответствии с ASTM E 200.

ПРИМЕЧАНИЕ В качестве альтернативы может использоваться раствор гидроксида калия (KOH).

8 Процедура

8.1 Отмеряют в 250 см³ коническую колбу Эрленмейера 50 см³ воды, если образец является полностью растворимым в воде, или 50 см³ спирта, если образец не растворяется в воде полностью.

8.2 Добавляют 0,5 см³ фенолфталеинового индикаторного раствора. Титруют воду и спирт 0,05 N раствором NaOH до появления первой различимой розовой окраски.

8.3 Добавляют в колбу пипеткой 50 см³ анализируемого образца. Титруют 0,05 N раствором NaOH до появления такой же розовой окраски, какая была при титровании раствора до добавления образца.

ПРИМЕЧАНИЕ Наблюдалось, что насыщенная CO₂ лабораторная среда (среда, где присутствует этанол от установки по переработке кукурузы), с уровнем CO₂ 0,5 % и более, может служить причиной положительной интерференции (более высокие результаты) при применении данного метода. Если в лабораторной среде имеется *идентичный* или более высокий уровень CO₂, рекомендуется предпринять надлежащие меры предосторожности для минимизации интерференции от CO₂.

9 Расчеты

9.1 Кислотность образца рассчитывается по Формулам (1) и (2), указанным ниже:

$$k_1 = \frac{(V \cdot N \times 0,12)}{D}, \quad (1)$$

где k_1 – кислотность анализируемого образца относительно уксусной кислоты, массовый процент;

V – объем NaOH, *пошедший* на титрование образца, см³;

N – нормальность раствора NaOH;

D – плотность образца в г/см³;

или,

$$k_2 = \frac{(V \cdot N \times 1,12)}{D}, \quad (2)$$

где k_2 – кислотность анализируемого образца в виде мг NaOH на 1 г образца;

V – объем NaOH, *пошедший* на титрование образца, см^3 ;

N – нормальность раствора NaOH;

D – масса образца при температуре испытания, г.

10 Отчет

В отчет включается значение кислотности относительно уксусной кислоты с точностью до 0,0001 %. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (при доверительной вероятности 95 %), расхождение между которыми не превышает 0,0005 %.

11 Точность и погрешность

11.1 Точность

11.1.1 Для подтверждения приемлемости результатов *при доверительной вероятности 95 %* должны использоваться нижеуказанные критерии:

11.1.1.1 Повторяемость — нормальный диапазон двух результатов, каждый из которых означает определения в двух повторениях, полученные одним и тем же аналитиком в разные дни, *расхождение между которыми равно 0,0003 %* по абсолютной величине. Два таких значения результатов должны подвергаться сомнению, если расхождение между ними превышает 0,0008 % по абсолютной величине.

11.1.1.2 Воспроизводимость — нормальный диапазон двух результатов, каждый из которых означает определения в двух повторениях, полученные аналитиками в разных лабораториях, *расхождение между которыми равно 0,0005 %* по абсолютной величине. Два таких значения результатов должны подвергаться сомнению, если расхождение между ними превышает 0,0014 % по абсолютной величине.

ПРИМЕЧАНИЕ Вышеуказанные оценки точности базируются на межлабораторных исследованиях, проводимых на двух образцах *n*-бутилацетата, *n*-бутилового спирта и метилэтилкетона, содержащих 0,0058 %, 0,0112 %, 0,0007 %, 0,0046 %, 0,0026 % и 0,0067 % уксусной кислоты, соответственно. Каждая из четырех лабораторий анализировала все шесть образцов, с привлечением двух аналитиков в каждой лаборатории, осуществляющих определения в двух повторениях, с использованием 99 % изопропилового спирта этанола формулы 3А в качестве растворителей, и повторяя на второй день. В общей сложности проведено 384 определений.

11.2 Систематическая ошибка

Систематическая ошибка данного метода не определена вследствие отсутствия доступного материала с приемлемым эталонным значением.

Приложение Д.А
(информационное)

**Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов
ссылочным международным стандартам (международным документам)**

Сведения о соответствии государственных (межгосударственных) стандартов
ссылочным международным стандартам (международным документам) приведены в
Таблице Д.А.1.

Таблица Д.А.1 – Сведения о соответствии государственных стандартов

Обозначение и наименование международного стандарта, международного документа	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
<i>ASTM D 1193-06 Specification for reagent water (Вода реактивной чистоты. Технические условия)</i>	<i>IDT</i>	<i>СТ РК АСТМ Д 1193–2010* Спецификация на воду-реактив</i>
* Подлежит публикации.		

УДК 667.6:543.24

МКС 87.060.30

Ключевые слова: кислотность, растворители, полная кислотность относительно уксусной кислоты, метод титрования, летучие растворители, определение кислотности, ароматические соединения, ароматические углеводороды, лаки, краски
