

中华人民共和国国家标准

有机化工产品酸度、碱度的测定方法 容量法

GB/T 14827—93

Organic chemical products for industrial use—Test method
for the determination of acidity and alkalinity—Volumetric method

本标准参照采用国际标准 ISO 1393—1977《工业用液体卤代烃酸度的测定——滴定法》、ISO 2887—1987《工业用仲丁醇、甲乙酮、异丁甲酮、异戊乙酮、双丙酮醇和乙二醇酸度的测定——以酚酞为指示剂——容量法》、ISO 6353/1—1982《化学分析试剂——第一部分：通用试验方法》中 GM 13“酸度和碱度”。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用容量分析法测定有机化工产品酸度、碱度的试验方法。

本标准适用于有机化工产品中以杂质形式存在的酸或碱性物质含量的测定，该含量称作酸度或碱度。

用本标准测定有机化工产品酸度、碱度时，所用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液的滴定体积不得少于 0.01 mL。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 试验方法

本标准所用试剂，除另有注明外，均使用分析纯试剂。

本标准所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB 601、GB 603 之规定配制。

实验室用水应符合 GB 6682 中三级水的规格。

3.1 标准滴定溶液以水为介质的酸度、碱度测定

3.1.1 方法提要

样品经过适当处理后，在规定的操作条件下，加入指示剂，用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定，计算出样品的酸度或碱度。

3.1.2 试剂和溶液

3.1.2.1 盐酸或硫酸标准滴定溶液，其浓度 $c(\text{H}^+)$ 不得低于 0.01 mol/L。

3.1.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液，其浓度 $c(\text{OH}^-)$ 不得低于 0.01 mol/L。

3.1.3 仪器

一般实验室仪器及半微量滴定管，分刻度 0.10 mL；或微量滴定管，分刻度 0.02 mL。

国家技术监督局 1993-12-30 批准

1994-10-01 实施

3.1.4 分析步骤

3.1.4.1 萃取溶剂为水介质的滴定

在锥形瓶中加入一定体积无二氧化碳的水及规定的指示剂,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点,不计消耗标准滴定溶液的体积。

将已中和好的水立即转移至分液漏斗中并加入规定量的试样,充分振摇,静置分层后分出水层,加入适量指示剂,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点。记录所消耗标准滴定溶液的体积。

对于加入水介质后可直接滴定的样品,将规定量的试样加入已中和好的水里,充分振摇,混合,静置片刻后,直接用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点。记录所消耗标准滴定溶液的体积。

3.1.4.2 萃取溶剂为有机介质的滴定

在锥形瓶中加入规定体积的某种有机介质及指示剂,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点,不计消耗标准滴定溶液的体积。

将已中和好的有机介质转移至分液漏斗中并加入规定量的试样,充分振摇,静置分层后,分出萃取的有机介质层,加入适量的指示剂,在规定的操作条件下,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点。记录所消耗标准滴定溶液的体积。

对于加入有机介质后可直接滴定的样品,将规定量的试样加入已中和好的有机介质里,充分振摇,混匀,静置片刻后,在规定的操作条件下,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点。记录所消耗标准滴定溶液的体积。

3.2 标准滴定溶液以有机溶剂为介质的酸度、碱度测定

3.2.1 方法提要

样品经过适当处理后,在规定的操作条件下,加入指示剂或用电位滴定计、酸度计指示终点,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定,计算出样品的酸度或碱度。

3.2.2 试剂和溶液

3.2.2.1 高氯酸标准滴定溶液,冰乙酸介质。

3.2.2.2 氢氧化钾标准滴定溶液,乙醇介质;配制、标定方法见附录 B。

对于不同的有机化工产品,根据滴定要求,也可选用其他酸或碱标准滴定溶液。

3.2.3 仪器

3.2.3.1 半微量滴定管,分刻度 0.10 mL,或微量滴定管,分刻度 0.02 mL。

3.2.3.2 电位滴定计或酸度计,并配有相应电极。

3.2.4 分析步骤

在锥形瓶中加入规定体积的某种有机介质及指示剂,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点,不计消耗标准滴定溶液的体积。

将已中和好的有机介质转移至分液漏斗中并加入规定量的试样,充分振摇,静置分层后,分出萃取的有机介质层,加入适量的指示剂或插入电极,在规定的操作条件下,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点。记录所消耗标准滴定溶液的体积。

3.3 某些液体样品的酸度、碱度测定——直接滴定

在锥形瓶中加入规定量的试样和指示剂,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点。记录所消耗标准滴定溶液的体积。

3.4 滴定样品时所用指示剂应与标定标准滴定溶液时所用指示剂一致。

3.5 根据有机化工产品性质的不同,本标准规定,在滴定到终点时,指示剂终点颜色应保持 15 s 或 30 s 不褪色。

4 分析结果的计算

样品的酸度 x_a (以 A 计)或碱度 x_b (以 B 计)以质量百分数计,按下式计算:

$$x_a(\text{或 } x_b) = \frac{cVM}{m} \times 100$$

式中：A——代表某种酸性物质；

B——代表某种碱性物质；

c ——滴定时所用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V ——滴定时消耗碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液的体积，L；

M ——与 1.00 L 碱或酸标准滴定溶液 [$c(\text{OH}^-) = 1.000 \text{ mol/L}$ 或 $c(\text{H}^+) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的 A 物质或 B 物质的质量，g；

m ——试样的质量，g；

当取样量以体积计时， $m = \rho_s V_s$ ，其中：

V_s ——试验温度下样品的体积，mL； ρ_s ——试验温度下样品的密度，g/cm³。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

当酸度或碱度不大于 0.05%，两次平行测定结果的相对偏差不大于 20%。

当酸度或碱度不大于 0.5%，两次平行测定结果的相对偏差不大于 10%。

当酸度或碱度不大于 1.5%，两次平行测定结果的相对偏差不大于 5%。



附录 A
有机化工产品酸度、碱度测定采用通氮
保护措施的滴定方法
(补充件)

A1 适用范围

本方法适用于在空气中不稳定、易氧化的有机化工产品和由于吸收空气中二氧化碳致使滴定终点不易确定的体系。

A2 方法提要

将氮气通入溶液体系一定时间后,用碱或酸标准滴定溶液滴定至终点,计算出样品的酸或碱度。

A3 试剂

氮气:纯度 99.8%以上。

A4 仪器

磁力搅拌器。

A5 分析步骤

在锥形瓶中加入一定体积的水或规定的有机介质,加入指示剂,通入氮气(约 200~500 mL/min)3~5 min 后,在磁力搅拌下,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点(不计消耗溶液体积)。在上述溶液中加入规定量的试样,以同样操作条件,用碱标准滴定溶液或酸标准滴定溶液滴定至终点,记录消耗标准滴定溶液的体积。

附录 B
氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的配制和标定
(参考件)

B1 试剂和溶液:

B1.1 无醛乙醇。

B1.2 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

B1.3 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 或 $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

B2 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的配制:

B2.1 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液

称取约 35 g 氢氧化钾,溶于 20 mL 水,加无醛乙醇配制成 1 000 mL,将此溶液放入有磨口塞或胶塞的密闭容器中,放置 24 h,将上层清液迅速倒入另一合适、密闭的容器中,备用。

B2.2 0.1 mol/L 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液

称取约 7 g 氢氧化钾,溶于 5 mL 水,以下步骤同 B2.1。

B3 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的标定:

准确量取 25 mL 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 或 0.1 mol/L] 于锥形瓶中,加 50 mL 水,2 滴

酚酞指示液,用上述相应浓度的氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至产生稳定的淡粉色。计算氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度。

$$c(\text{KOH}) = \frac{c_1 V_1}{V} \quad \dots\dots\dots (\text{B1})$$

式中: c_1 ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——盐酸标准溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积, mL。

B4 该标准滴定溶液在密闭、避光条件下贮存。

附录 C

各类有机化工产品适用的指示剂名称

(参考件)

表 C1

品种名称	指示剂名称
醇类(包括高级醇、多元醇)	酚酞、溴百里酚蓝
酸、酸酐及酯类	酚酞、溴酚蓝、溴百里酚蓝
醛、酮及醚类	酚酞、甲基红、溴酚蓝、溴百里酚蓝
环氧烷类	酚酞
卤代烃、氟氯代烃类	酚酞、甲基红、溴甲酚绿
胺及芳胺类	酚酞、甲基红-甲基蓝、溴酚蓝、紫罗蓝
芳烃及其衍生物	酚酞、溴酚蓝、溴甲酚绿

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部北京化工研究院归口。

本标准由化工部北京化工研究院负责起草。

本标准主要起草人胡延风。