26592-85
Изм. 1

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНИЛЬНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 26592—85
(СТ СЭВ 4617—84)

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Бавина, Л. В. Макарова, Д. С. Стогнушко, З. А. Минькова, Н. И. Коробейникова

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Член Коллегии В. А. Рябов

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 июля 1985 г. № 2315

УДК 661.725:543.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ

Метод определения карбонильного числа

Higher fatty alcohols. Method of carbonyl Value determination

ГОСТ 26592—85

(СТ СЭВ 4617—84)

Взамен ГОСТ 23527—79 в части спиртов

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 июля 1985 г. № 2315 срок действия установлен

с 01.01.86
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на синтетические первичные и вторичные жирные спирты, содержащие от 5 до 25 атомов углерода в молекуле и устанавливает метод определения карбонильного числа.

Сущность метода заключается во взаимодействии карбонильных соединений с солянокислым гидроксиламином и потенциометрическом титровании выделившейся соляной кислоты раствором гидроокиси калия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4617—84.

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г 2-го класса точности или аналогичного типа.

pH-метр лабораторный типа ЭВ-74 или аналогичного типа со стеклянным и хлорсеребряным электродами.

Баня водяная.

Мешалка магнитная.

Колба по ГОСТ 25336—82, типа П-1 или Кн-1, вместимостью 100 или 250 $см^3$.

Термометр типа ТН по ГОСТ 400—80 или типа 1-Б2 по ГОСТ 215—73 или другого типа с интервалом температур 0—100°С.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1985

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 см³.

Колба по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1000 см³.

Холодильник по ГОСТ 25336—82, типа ХШ-1—400 или воздушный длиной не менее 1000 мм.

Воронка делительная по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 или 250 см³.

Бюретка 1—2—25—0,1 и 7—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Стакан химический по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 или 150 см³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х. ч. или ч. д. а., спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 1 моль/дм³.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 с pH 5—7.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление раствора гидрохлорида гидроксиламина

20 г гидрохлорида гидроксиламина растворяют в 100 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки этиловым спиртом. Полученный раствор оттитровывают потенциометрически спиртовым раствором гидроокиси калия до pH 3,6—3,8. Раствор хранят в темном месте в бутылках из темного стекла с притертыми пробками.

2.2. Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Около 8—10 г анализируемого жирного спирта взвешивают в конической колбе на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Затем приливают из бюретки 20 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. После нагревания колбу вынимают из бани, охлаждают ее содержимое до комнатной температуры. Внутреннюю поверхность холодильника промывают 10 см³ этилового спирта и сливают в реакционную колбу. Холодильник отсоединяют от колбы и содержимое колбы переносят в стакан вместимостью 150 см³ для титрования. Колбу промывают двумя порциями этилового спирта по 10 см³ и затем 15 см³ хлороформа. Промывные жидкости сливают в стакан для титрования.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов готовят контрольный раствор и при перемешивании магнитной мешалкой измеряют его pH.

3.2. Промытые и осушенные электроды переносят в стакан с анализируемым продуктом и титруют потенциометрически спиртовым раствором гидроокиси калия до pH контрольного опыта. Во время титрования раствор перемешивают магнитной мешалкой.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Карбонильное число (X) в миллиграммах KOH на грамм анализируемого продукта вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 5{,}61}{m},$$

где V — объем спиртового раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого продукта, см³;

5,61 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см³ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм³, мг/см³;

m — масса пробы анализируемого продукта, г.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в таблице.

Карбонильное число	Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений, мг KOH/г
До 5 включ.	0,2
Св. 5 до 10 включ.	0,5

Изменение № 1 ГОСТ 26592—85 Спирты высшие жирные. Метод определения карбонильного числа

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 07.05.92 № 466

Дата введения 01.10.92

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 4617—84).**

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слово: «солянокислым» на «гидрохлоридом»;

третий абзац исключить.

Раздел 1. Пятый абзац изложить в новой редакции: «Колбы Кн-1—100—14/23 ТС, Кн-1—250—19/26 ТС или П-1—100—19/26, П-1—250—29/32 по ГОСТ 25336—82»;

шестой абзац. Исключить слова: «или типа 1-Б2 по ГОСТ 215—73 или»;

седьмой, восьмой абзацы изложить в новой редакции: «Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770—74

Колба 1(2)—1000—2 по ГОСТ 1770—74»;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «Стакан В(Н)-1—100(150) ТС по ГОСТ 25336—82»;

четырнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

пятнадцатый абзац изложить в новой редакции: «Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х.ч. или ч.д.а., спиртовой раствор молярной концентрации c (КОН) = 0,1 моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.2—83»;

шестнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88.

последний абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 6709—72».

(Продолжение см. с. 122)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26592—85)

Пункт 2.1. Заменить слово: «притертыми» на «пришлифованными».

Пункт 3.1. Первый абзац до слов «с точностью» изложить в новой редакции: «Около 8—10 г анализируемого жирного спирта взвешивают в конической колбе (результат взвешивания записывают в граммах».

Пункт 4.1. Формула. Экспликация. Заменить слово и единицу физической величины: «концентрации» на «молярной концентрации» (2 раза); мг/см³ на мг.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений.

Показатели точности метода (при доверительной вероятности P—0,95) приведены в таблице оценок точности метода.

Карбонильное число, мг КОН/г	Сходимость, мг КОН/г	Воспроизводимость, мг КОН/г
0,15—0,30	0,02	0,03
0,30—1,00	0,05	0,10
1,0—2,0	0,1	0,2
2,0—5,0	0,2	0,5

Два результата испытания, полученные последовательно одним лаборантом, признаются достоверными (сходимость), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице.

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (воспроизводимость), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице».

(ИУС № 8 1992 г.)

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *Л. А. Пономарева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 07.08.85 Подп. в печ. 16.09.85 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,21 уч.-изд. л. Тир. 12.000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 922