ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ И СПИРТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНИЛЬНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 23527—79

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, Б. И. Бабаев, В. П. Кудряшова, Л. А. Власенко, Т. А. Мартынова

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Член Коллегии **А. И. Лукашов**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 марта 1979 г. № 996

УДК 665.12 : 543.06 : 006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОТЫ И СПИРТЫ ЖИРНЫЕ СИНТЕТИЧЕСКИЕ

Метод определения карбонильного числа

Synthetic fatty acids and alcohols.
Method of carbonyl value determination

ГОСТ 23527—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 марта 1979 г. № 996 срок действия установлен

с 01.01. 1980 г.
до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения карбонильного числа синтетических жирных кислот и синтетических первичных и вторичных жирных спиртов, содержащих от 5 до 25 атомов углерода в молекуле.

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

Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ИСО 1843/III—77 в части применяемой аппаратуры и реактивов.

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные рычажные по ГОСТ 19491—74 1 и 2-го классов точности или аналогичного типа.

pH-метр лабораторный типа ЛПУ-01, ЛПМ-60М, pH-340, pH-121 или аналогичного типа, со стеклянным и хлорсеребряным электродами.

Баня водяная.

Мешалка магнитная.

Колба плоскодонная по ГОСТ 10394—72 типа ПКШ, вместимостью 100 или 200 мл.

Термометр типа ТН по ГОСТ 400—64, типа 1-Б2 по ГОСТ 215—73 или другого типа с интервалом температур 0—100°С.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

©Издательство стандартов, 1979

Цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 50 мл.

Колба мерная по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1000 мл.

Холодильник типа ХШ6 или ХШ8 по ГОСТ 9499—70 или воздушный длиной не менее 1000 мм.

Воронка делительная по ГОСТ 8613—75, вместимостью 100 или 250 мл.

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

Стакан химический по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 или 50 мл.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65.

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

Калия гидроокись х. ч. или ч. д. а., 0,1 н. спиртовой раствор.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74 или фармакопейный.

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

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина.

В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 20±0,1 г солянокислого гидроксиламина, растворяют в 100 мл дистиллированной воды и доводят до метки 96%-ным этиловым спиртом. Полученный раствор оттитровывают 0,1 н. раствором гидроокиси калия до pH 3,6—3,8. Раствор можно хранить в хорошо закрытой склянке в темном месте три-четыре недели.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску кислот или спиртов, взятую с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 100 или 250 мл и приливают 20 мл раствора солянокислого гидроксиламина.

Масса навески кислот и спиртов в зависимости от величины ожидаемого карбонильного числа приведена в табл. 1.

Таблица 1

Карбонильное число, мг КОН/г	Масса навески кислот и спиртов, г
До 1 включ.	10
Св. 1 до 5 »	6
» 5 » 10 »	4
» 10 » 20 »	2
» 20	1

К колбе присоединяют обратный холодильник и нагревают на водяной бане при 80—85°С в течение 10—15 мин. Параллельно ставят контрольный опыт (20 мл раствора солянокислого гидроксиламина без навески). По истечении времени нагревания колбы снимают с бани и переносят их содержимое в стаканы для титрования, затем колбы промывают двумя порциями спирта по 10 мл, которые также сливают в стаканы и охлаждают до комнатной температуры. Стакан с контрольной пробой ставят на магнитную мешалку, помещают в него электроды и измеряют pH.

Электроды промывают спиртом, затем дистиллированной водой, протирают фильтровальной бумагой и переносят в стакан с пробой. Включают мешалку и титруют выделившуюся соляную кислоту спиртовым раствором гидроокиси калия до pH контрольной пробы.

После титрования электроды, промытые спиртом и водой, опускают в стакан с дистиллированной водой.

При анализе твердых жирных кислот и спиртов колбы с навесками и контрольную после нагревания на бане снимают, охлаждают на воздухе до 40°С и добавляют в каждую колбу по 30 мл хлороформа. Содержимое колб переносят в стаканы для титрования и измеряют pH контрольной пробы. Затем оттитровывают пробу до pH контрольного раствора при 20°С.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Карбонильное число (X) в мг КОН/г вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T}{m},$$

где V — объем 0,1 н. раствора гидроокиси калия, израсходованного на титрование, мл;

T — титр 0,1 н. раствора гидроокиси калия, мг/мл;

m — масса навески продукта, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми, при уровне доверительной вероятности 0,95, не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Карбонильное число, мг КОН/г	Допускаемые расхождения, мг КОН/г
До 5 включ.	0,2
Св. 5 до 10 „	0,8
„ 10 „ 15 „	1,0
„ 15	1,2

Группа Л29

Изменение № 1 ГОСТ 23527—79 Кислоты и спирты жирные синтетические. Метод определения карбонильного числа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.12.83 № 5884 срок введения установлен

с 01.06.84

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Вводная часть. Третий абзац исключить.

Раздел 1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные с пределом взвешивания от 0,1 мг до 200 г класса точности 2 или аналогичного типа»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Колба по ГОСТ 25336—82 типа П-1 или Кн-1, вместимостью 100 или 250 $см^3$»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Холодильник типа ХШ-1—400 по ГОСТ 25336—82 или воздушный длиной не менее 1000 мм»;

(Продолжение см. стр. 278)

(Продолжение изменения к ГОСТ 28527—79)

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79»;

пятнадцатый абзац после слов «Калия гидроокись» дополнить словами: «по ГОСТ 24363—80»;

заменить ссылки: ГОСТ 400—64 на ГОСТ 400—80, ГОСТ 8613—75 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 10394—72 на ГОСТ 25336—82.

(ИУС № 3 1984 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23527—79 Кислоты и спирты жирные синтетические. Метод определения карбонильного числа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.03.89 № 413

Дата введения 01.09.89

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Кислоты жирные синтетические. Метод определения карбонильного числа**

Synthetic fatty acids. Method of carbonyl value determination».

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слова: «и синтетических первичных и вторичных жирных спиртов»;

третий абзац исключить.

Раздел 1. Двенадцатый абзац. Заменить значение: 50 на 150;

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

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «или спиртов»;

второй абзац. Исключить слова: «и спиртов»;

таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Карбонильное число, мг КОН/г	Масса кислоты, г
Св. 1 до 5 включ.	6
» 5 » 10 »	4
» 10 » 20 »	2

третий абзац изложить в новой редакции: «К колбе присоединяют обратный холодильник и нагревают на водяной бане при 80—85 °С в течение 30 мин. Параллельно ставят контрольный опыт (20 см³ раствора солянокислого гидроксиламина без навески). После нагревания колбу вынимают из бани, охлаждают до комнатной температуры. Холодильник промывают 10 см³ этилового спирта и сливают в реакционную колбу. Содержимое колбы переносят в стакан для титрования. Колбу промывают двумя порциями этилового спирта по 10 см³ и затем 15 см³ хлороформа.

Промывание жидкости сливают в стакан для титрования.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов готовят контрольный раствор и измеряют его pH».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2: «3.2. Электроды перед титрованием промывают спиртом, дистиллированной водой и протирают фильтровальной бума-

(Продолжение см. с. 188)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23527—79)

гой. Титруют потенциометрически спиртовым раствором гидроокиси калия до значения pH контрольного опыта».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. Обработка результатов

4.1. Карбонильное число (X) в мг КОН/г анализируемого продукта вычисляют по формуле

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

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

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

m — масса пробы анализируемого продукта, г.

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Карбонильное число, мг КОН/г	Допускаемые расхождения, мг КОН/г
До 5 включ.	0,2
Св. 5 до 20 включ.	0,6

(ИУС № 5 1989 г.)

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Ю. Смирнова*
Корректор *Е. И. Евтеева*

Сдано в наб. 19.04.79 Подп. в печ. 03.05.79 0,375 п. л. 0,21 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена Знак Почета Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер. 6. Зак. 519