

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНИЛЬНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 26592–85
(СТ СЭВ 4617–84)

Издание официальное

Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Бавика, 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

ОКСТУ 2409

ГОСТ 26592—85

(СТ СЭВ 4617—84)

Взамен ГОСТ 23527—79 в части спиртов

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/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого продукта, см^3;

5,61 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,1 моль/дм^3, мг/см^3;

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*

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

gost.e-ecolog.ru

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