ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПИРТЫ СИНТЕТИЧЕСКИЕ ЖИРНЫЕ ПЕРВИЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 23018—90

Издание официальное

15 коп. БЗ 1—91/10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661 725 001.4:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПИРТЫ СИНТЕТИЧЕСКИЕ ЖИРНЫЕ ПЕРВИЧНЫЕ

Метод определения гидроксильного числа

Synthetic fatty primary alcohols
Method of hydroxyl value determination

ГОСТ 23018—90

ОКСТУ 2409

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.97

Настоящий стандарт распространяется на синтетические жирные первичные спирты с числом углеродных атомов от C_5 до C_{25} и устанавливает метод определения гидроксильного числа.

Метод заключается во взаимодействии гидроксильных групп спиртов с ангидридом уксусной кислоты, гидролизе непрореагировавшего ангидрида и последующем определении уксусной кислоты титрованием спиртовым раствором гидроокиси калия в присутствии индикатора фенолфталеина.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2517.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения с наибольшими пределами взвешивания 200 и 500 г, погрешностью ±0,0002 и ±0,1 г соответственно.

Баня водяная.

Колба Кн-250—29/32 ТС или К-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка 2—1—5 или 3—1—5 по ГОСТ 20292.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336 или воздушный длиной не менее 1100 мм, диаметром 8—10 мм.

Бюретки 3—2—50 и 6—2—5 по ГОСТ 20292.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815, свежедистиллированный (отбирают фракцию с температурой кипения в интервале от 139 до 140°С).

Пиридин по ГОСТ 13647.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363 и спиртовой раствор концентрации c (КОН) = 0,5 моль/дм³ (0,5 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода дистиллированная с pH 5,4—6,6.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Обезвоживание пиридина

К 1 дм³ пиридина добавляют 50 г гидроокиси калия (или гидроокиси натрия) (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака) и выдерживают в закрытом сосуде не менее 3 сут. Затем пиридин дистиллируют, отбирая фракцию с температурой кипения в интервале от 114 до 116°С.

Допускается обезвоживание пиридина проводить другими методами, позволяющими получать пиридин с массовой долей воды не более 0,1 %.

3.2. Приготовление ацетилирующей смеси

Свежедистиллированные уксусный ангидрид и пиридин смешивают в соотношении 1 : 4 (по объему).

Ацетилирующая смесь пригодна для работы не более суток.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Масса навески анализируемого спирта в зависимости от предполагаемого гидроксильного числа приведена в табл. 1.

Таблица 1

Гидроксильное число, мг КОН/г	Масса навески, г
От 50 до 100 включ.	От 3 до 2
Св. 100 до 200 включ.	Менее 2 до 1
» 200 до 300 »	» 1 до 0,7
» 300 до 400 »	» 0,7 до 0,5
» 400 до 500 »	» 0,5 до 0,4

4.2. В предварительно взвешенную колбу помещают навеску анализируемого спирта и взвешивают. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

В колбу с навеской из бюретки 6—2—5 приливают 5 см³ ацетилирующей смеси. Затем присоединяют обратный холодильник, предварительно смочив шлиф холодильника пиридином, и тщательно перемешивают содержимое колбы. Колбу погружают в баню и нагревают при температуре 95—100°С в течение 1 ч. Через 10—15 мин от начала нагревания содержимое колбы перемешивают.

По истечении 1 ч в колбу через холодильник добавляют 10 см³ воды, а при наличии мутности — и 5 см³ пиридина. Нагревают еще в течение 10 мин, после чего колбу вынимают из бани и охлаждают до комнатной температуры.

Внутреннюю поверхность холодильника, а после извлечения холодильника из колбы его шлиф и внутреннюю поверхность горловины колбы смывают в колбу 15 см³ этилового спирта, нейтрализованного раствором гидроокиси калия в присутствии индикатора фенолфталеина до слабо-розовой окраски.

В колбу добавляют 4—5 капель индикатора фенолфталеина и титруют содержимое раствором гидроокиси калия до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 1 мин.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же количествами реактивов.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Гидроксильное число (X) в миллиграммах КОН на грамм анализируемого спирта вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot K \cdot 28{,}055}{m} + X_1,$$

где V — объем спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование анализируемого спирта, см³;

V_1 — объем спиртового раствора гидроокиси калия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

K — поправочный коэффициент спиртового раствора гидроокиси калия концентрации 0,5 моль/дм³;

28,055 — масса гидроокиси калия, соответствующая 1 см³ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации точно 0,5 моль/дм³, мг;

m — масса навески анализируемого спирта, г;

X_1 — кислотное число анализируемого спирта, определяемое по ГОСТ 22386, мг КОН/г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение меж-

ду которыми не превышает значений допускаемого расхождения, указанных в табл. 2.

Допускаемые суммарные погрешности результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ представлены в табл. 2.

Таблица 2

Гидроксильное число, мг КОН/г	Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений, мг КОН/г	Допускаемая суммарная погрешность результата анализа, мг КОН/г
До 100 включ.	2	±1
Св. 100 до 150 включ.	4	±2
» 150 до 200 »	5	±3
» 200 до 250 »	6	±3
» 250 до 300 »	7	±4
» 300 до 350 »	8	±4
» 350 до 400 »	9	±5
» 400 до 450 »	11	±6
» 450 до 500 »	12	±6

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Научно-производственным объединением синтетических поверхностно-активных веществ «Синтез-ПАВ»

РАЗРАБОТЧИКИ

В. И. Бавика, канд. техн. наук; **Л. В. Макарова** (руководитель темы); **Д. П. Стогнушко**, канд. хим. наук; **З. А. Минькова**; **Н. И. Коробейникова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.90 № 3207

3. Срок проверки — 1995 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 23018—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 2517—85	1
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 4919.1—77	2
ГОСТ 5815—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 13674—78	2
ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 22386—77	5.1
ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 25794.3—83	2

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 24.01.91 Подп. в печ. 18.02.91 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,32 уч.-изд. л.
Тир. 5000 Цена 15 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 47

gost.e-ecolog.ru