



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**СПИРТЫ СИНТЕТИЧЕСКИЕ ЖИРНЫЕ
ПЕРВИЧНЫЕ**

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГИДРОКСИЛЬНОГО ЧИСЛА

ГОСТ 23018—90

Издание официальное

Б3 1—91/10

15 коп.



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

**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 C₅ до C₂₅ 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.

Бюretки 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 ССР

С. 2 ГОСТ 23018—90

Цилиндр I—50 по ГОСТ 1770.

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

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 ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Фенолфталенин (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 пиридинина

К 1 дм³ пиридинина 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°C.

Допускается обезвоживание пиридинина 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°C 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 раствора 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 реагентов.

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-

С. 4 ГОСТ 23018—90

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	3
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. Шукина
Технический редактор О. Н. Никитина
Корректор М. С. Кабашова*

Сдано в наб. 24.01.91 Полл. в печ. 18.02.91 0,5 усл. п л. 0,5 усл. кр. отт 0,32 уч.-изд. л.
Тираж 3000 Цена 15 Р.

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