



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЧИСЛА ОМЫЛЕНИЯ
И ЭФИРНОГО ЧИСЛА**

ГОСТ 26549—85

Издание официальное

БЗ 7—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ

Метод определения числа омыления и эфирного числа

Higher fatty alcohols.
Method for determination of saponification value and ester numberГОСТ
26549—85*

ОКСТУ 2409

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1409 дата действия установлена

01.01.86

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)

Настоящий стандарт распространяется на высшие жирные спирты и устанавливает метод определения числа омыления и эфирного числа.

Сущность метода заключается в омылении пробы спиртовым раствором гидроксида калия и последующем титровании избыточного количества гидроксида калия раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Колба К-1—250—29/32 по ГОСТ 25336—82.

Холодильник стеклянный по ГОСТ 25336—82 типа ХП-1—400—29/32.

Бюретка вместимостью 25 или 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Баня водяная или другая, обеспечивающая регулирование температуры (96±2) °С или газовая горелка с металлической сеткой.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, нейтрализованный по фенолфталеину.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1$ моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1—83.Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч.д.а., спиртовой раствор концентрации $c(\text{KOH}) = 0,1$ моль/дм³; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 7 г гидроксида калия и 4 см³ воды и доводят до метки нейтрализованным по фенолфталеину этиловым спиртом. Раствор закрывают и оставляют на 24 ч, затем быстро декантируют. Титр раствора устанавливают титрованием 20 см³ спиртового раствора гидроксида калия, отмеренного бюреткой, раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³. Раствор гидроксида калия хранят в закрытой посуде, защищая от воздействия двуоксида углерода.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание (ноябрь 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1993 г. (ИУС 4—94)

© Издательство стандартов, 1985
© ИПК Издательство стандартов, 1998

2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

2.1. Около 10 г анализируемого продукта взвешивают в конической колбе (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака) и растворяют в 30 см³ этилового спирта, нейтрализованного по фенолфталеину. Если проба трудно растворяется в этиловом спирте, применяют нейтрализованную по фенолфталеину смесь этилового спирта и толуола в объемном соотношении 1:1.

В колбу добавляют из бюретки 25 см³ спиртового раствора гидроксида калия. Затем колбу присоединяют к обратному холодильнику и кипятят на водяной бане в течение 0,5 ч.

2.2. После омыления пробы колбу вынимают из бани, холодильник промывают 5 см³ нейтрализованного этилового спирта, добавляют 3—4 капли фенолфталеина, и горячий раствор титруют раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски. Одновременно проводят контрольный опыт в таких же условиях.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Определение числа омыления и эфирного числа можно проводить в пробе анализируемого продукта, оставшейся после определения кислотного числа по ГОСТ 22386—77, при этом к раствору добавляют спиртовой раствор гидроксида калия до объема 25 см³. Колбу присоединяют к обратному холодильнику и продолжают анализ, как указано выше.

3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Число омыления (X_1) и эфирное число (X_2) в миллиграммах КОН на грамм анализируемого продукта вычисляют по формулам

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 5,61 \cdot K}{m};$$

$$X_2 = X_1 - X_3,$$

где V_2 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

5,61 — масса гидроксида калия, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, мг;

K — коэффициент поправки соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм³;

m — масса анализируемой пробы, г;

X_3 — кислотное число анализируемого продукта, определенное по ГОСТ 22386—77, мг КОН/г.

3.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Значения показателей точности метода (при доверительной вероятности $P = 0,95$) приведены в таблице оценок точности метода.

Число омыления, мг КОН/г	Сходимость, мг КОН/г	Воспроизводимость, мг КОН/г
0,10—0,50	0,04	0,10
0,5—1,5	0,1	0,3
1,5—2,0	0,2	0,5
2,0—3,0	0,3	0,5

Два результата анализа, полученные последовательно одним лаборантом, признаются достоверными (сходимость), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице.

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

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор Л.И.Нахимова
Технический редактор Н.С.Гришанова
Корректор О.В.Кова
Компьютерная верстка А.Н.Золотаревой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.12.97. Подписано в печать 15.01.98. Услеч.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,30.
Тираж 153 экз. С/Д 3022. Зак. 710.

ИПК Издательство стандартов 107076, Москва, Колодезный пер., 14,
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102