

МАСЛА НЕФТЯНЫЕ

Метод определения числа омыления

Mineral oils.

Method of determination of saponification number

ГОСТ
17362—71

ОКСТУ 0209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30 декабря 1971 г. № 2160 дата введения установлена 01.01.73

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные масла и устанавливает метод определения числа омыления, характеризующего содержание в масле компонентов, способных омыляться в условиях испытания (присадок растительного или животного происхождения, жиров, продуктов старения и т. п.).

Стандарт не распространяется на отработанные масла.

Метод заключается в растворении испытуемого продукта в спирто-толуольной смеси или в метилэтилкетоне, кипячении полученного раствора со спиртовым раствором щелочи и в последующем оттитровывании непрореагировавшей щелочи раствором соляной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Колбы Кн—1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильники ХШ по ГОСТ 25336.

Бюретки 1—2—50—0,1; 1—2—100—0,2 по ГОСТ 29251.

Пипетки 2—1—2; 2—2—2; 2—1—5; 2—2—5; 2—1—25; 2—2—25 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1—50 по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, перегнанный в колбе с дефлегматором.

Толуол по ГОСТ 5789 или по ГОСТ 9880, или по ГОСТ 14710.

Спирто-толуольная смесь (1:2) или метилэтилкетон технический.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч. или ч. д. а., 0,1 моль/дм³ (0,1 н) и 1,0 моль/дм³ (1,0 н) спиртовые растворы без поправочного коэффициента.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., 0,1 моль/дм³ (0,1 н) и 1,0 моль/дм³ (1,0 н), титрованные растворы.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь хромовая.

Электроплитка с закрытой спиралью или водяная баня.

Шкаф сушильный с температурой нагрева (100±5) °С.

Секундомер по нормативно-технической документации.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

При проведении испытаний допускается использовать реактивы более высокой квалификации.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.2. Конические колбы моют хромовой смесью и несколько раз ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

Непосредственно перед каждым испытанием в конические колбы наливают не менее 100 см³ дистиллированной воды и кипятят в течение 15 мин, после чего колбы высушивают в сушильном шкафу.

2.3. Отбор проб — по ГОСТ 2517. Пробу испытуемого продукта в бутылке, заполненной не более чем на $\frac{3}{4}$ ее объема, тщательно встряхивают.

Если проба масла находится в бутылке, заполненной более чем на $\frac{3}{4}$ ее объема, необходимо пробу хорошо перемешать встряхиванием и все количество масла вместе с осадком (если осадок имеется) сразу же перелить в бутылку такой емкости, чтобы она была заполнена до $\frac{3}{4}$ своего объема, и снова хорошо перемешать встряхиванием в течение 5 мин.

Пробу высоковязкого масла перед перемешиванием нагревают до 60 °С.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. После тщательного перемешивания в коническую колбу помещают пробу испытуемого масла. Массу пробы и погрешность взвешивания устанавливают по таблице в зависимости от предполагаемого числа омыления масла.

Число омыления, мг КОН на 1 г	Масса пробы, г	Погрешность взвешивания, г, не более
До 25,0	18—20	0,01
Св. 25,0	1—10	0,01

Величина навески может быть изменена, если количество соляной кислоты, израсходованной на обратное титрование, составляет менее 60 % количества кислоты, израсходованной на контрольный опыт.

3.2. В колбу с массой испытуемого масла приливают цилиндром 50 см³ спирто-толуольной смеси или метилэтилкетона и пипеткой 25 см³ спиртового раствора едкого кали. Если число омыления более 3 мг КОН на 1 г, применяют 1,0 моль/дм³ (1,0 н) раствор едкого кали, если менее 3 мг КОН на 1 г, применяют 0,1 моль/дм³ (0,1 н) раствор едкого кали.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Колбу соединяют с обратным холодильником, ставят на водяную баню или электрическую плитку с закрытой спиралью и содержимое колбы кипятят 30 мин. При испытании масел с жировыми присадками при ориентировочном испытании масла с неизвестным числом омыления содержимое колбы кипятят 60 мин. По истечении указанного времени нагрев колбы прекращают, промывают внутреннюю трубку холодильника 5 см³ спирто-толуольной смеси или метилэтилкетона и дают ей стечь в течение 2 мин. Затем в колбу добавляют 1 см³ раствора фенолфталеина и сразу же в горячем состоянии содержимое колбы титруют раствором соляной кислоты соответствующей концентрации сначала со средней скоростью, затем замедленно, слегка перемешивая содержимое колбы. После исчезновения или изменения окраски, которая замечается в конце титрования, добавляют в колбу 1—2 капли раствора соляной кислоты и оставляют колбу на 30 с, слегка перемешивая содержимое колбы несколько раз. При применении в качестве индикатора фенолфталеина отсутствие окрашивания в течение 30 с указывает на конец титрования.

Если число омыления масел более 3 мг КОН на 1 г, применяют 1,0 н раствор соляной кислоты, если менее 3 мг КОН на 1 г, применяют 0,1 н раствор соляной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4. Одновременно проводят контрольный опыт (без массы испытуемого продукта). Порядок проведения контрольного опыта должен быть таким же, как и при проведении определения с испытуемым маслом. В обоих случаях спиртовой раствор едкого кали отмеряют одной и той же пипеткой.

При титровании соляную кислоту добавляют быстро по каплям при постоянном перемешивании содержимого колбы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. (Исключен, Изм. № 2).

3.6. При испытании масел с неизвестным числом омыления проводят предварительное ориентировочное испытание 10 г продукта с использованием 1,0 моль/дм³ (1,0 н) раствора едкого кали.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Число омыления испытуемого масла ($ЧО_m$) в мг КОН на 1 г вычисляют по формулам: при применении 0,1 моль/дм³ (0,1 н) раствора HCl

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

при применении 1,0 моль/дм³ (1,0 н) раствора HCl

$$ЧО_m = \frac{(V - V_1) \cdot K_1 \cdot 56,11}{m};$$

где V — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого масла, см³;

K и K_1 — поправочные коэффициенты соответственно для 0,1 моль/дм³ (0,1 н) и 1,0 моль/дм³ (1,0 н) растворов соляной кислоты;

m — масса испытуемого масла, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Результаты испытания округляют до 0,5 при числе омыления менее 50 мг КОН на 1 г, до целого числа — при числе омыления равном или более 50 мг КОН на 1 г, до 0,1 — для электроизоляционных масел.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Содержание свободных жиров в испытуемом масле (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{ЧО_m - 100}{ЧО_x},$$

где $ЧО_m$ — число омыления испытуемого масла в мг КОН на 1 г;

$ЧО_x$ — число омыления жира, входящего в состав испытуемого масла в мг КОН на 1 г, условно принятое за 190 мг КОН на 1 г.

4.4. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение не менее двух последовательных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5. (Исключен, Изм. № 1).

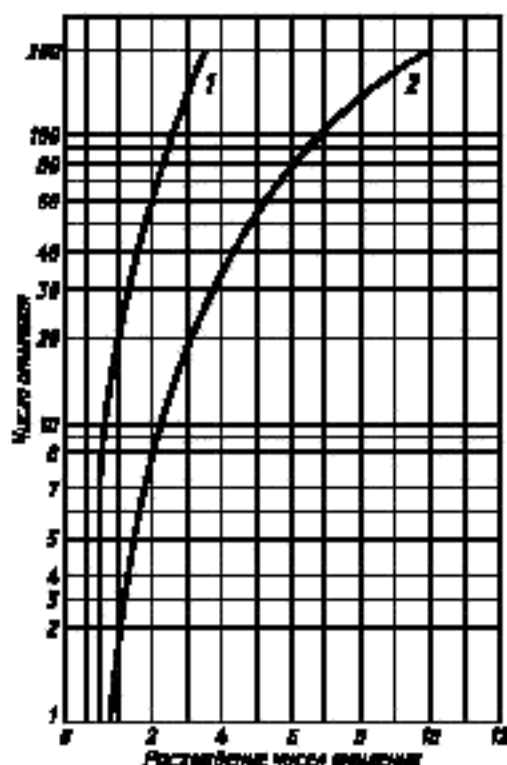
5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

5.1. Сходимость

Расхождение между результатами двух последовательных определений, полученными одним лаборантом на одной и той же аппаратуре и пробе продукта, признается достоверным (при доверительной вероятности 95 %), если оно не превышает значения, указанного на чертеже.

5.2. Воспроизводимость

Расхождение между результатами определений, полученными в разных лабораториях, на одной и той же пробе продукта в одинаковых условиях, признается достоверным (при доверительной вероятности 95 %), если оно не превышает значения, указанного на чертеже.



1 – сходимость; 2 – воспроизводимость

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.12.71 № 2160
3. Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 6293—83
4. ВЗАМЕН ГОСТ 6764—53 в части масел
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	1
ГОСТ 2517—85	2, 3
ГОСТ 3118—77	1
ГОСТ 4919.1—77	1
ГОСТ 5789—78	1
ГОСТ 6709—72	1
ГОСТ 9880—76	1
ГОСТ 14710—78	1
ГОСТ 18300—87	1
ГОСТ 24363—80	1
ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 29227—91	1
ГОСТ 29251—91	1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)
7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1983 г., июне 1988 г. (ИУС 10—83, 11—88)