

НЕФТЕПРОДУКТЫ**Метод определения числа омыления и содержания свободных жиров**

Petroleum products. The method for determination of saponification value and free fats content

**ГОСТ
21749—76**

МКС 75.080
ОКСТУ 0209

Дата введения **01.01.77**

Настоящий стандарт распространяется на нефтепродукты (пластичные смазки, окисленные парафин, петролатум и другие продукты, содержащие компоненты, омыляемые в условиях испытания) и устанавливает метод определения числа омыления и содержания свободных жиров.

Сущность метода заключается в растворении испытуемого продукта, омылении его и титровании избытка щелочи раствором соляной кислоты.

Стандарт не распространяется на осенние нефтепродукты.

I. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Для определения числа омыления и содержания свободных жиров применяют:

весы аналитические по ГОСТ 24104*, типа ВЛА-200, класса точности 2 или другие весы с таким же классом точности;

колбы конические типа Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336;

цилиндр измерительный по ГОСТ 1770, вместимостью 25 см³;

бюrette 7—2—3 или 7—2—10 или 5—1—25 по НТД;

холодильник стеклянный обратный водяной по ГОСТ 25336 или воздушный диаметром 10 мм, длиной не менее 1100 мм;

баню водяную;

спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300, свеженейтрализованный;

калия гидроокись по ГОСТ 24363 х. ч. или ч. д. а., 0,5 моль/дм³ спиртовой раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118, 0,5 моль/дм³ раствор;

нефрас — С 50/170 по ГОСТ 8505 или бензин авиационный марки Б-70 по ГОСТ 1012;

фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360, 1 %-ный спиртовой раствор;

термостат, обеспечивающий нагрев до 100 °С;

чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Пробу испытуемого окисленного продукта расплавляют на водяной бане или в термостате при температуре 70 °С—100 °С. Когда продукт полностью расплавится, его тщательно перемешивают.

2.2. При взятии для анализа пробы пластичной смазки с поверхности продукта шпателем снимают и отбрасывают верхний слой, затем в нескольких местах (не менее трех) берут пробы примерно в равных количествах на расстоянии не менее 5 мм от стенок сосуда. Пробы помещают в фарфоровую чашку, тщательно размешивают и закрывают стеклом.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.



3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В колбу помещают нефтепродукт, масса и погрешность взвешивания которого в зависимости от предполагаемого числа омыления приведены в таблице.

Число омыления, мг КОН/г	Масса навески, г	Погрешность взвешивания, г
До 20	Св. 5 до 10	0,01
Св. 20 * 100	* 2 * 5	0,001
* 100	От 1 * 2	0,0002

3.2. В колбу с навеской добавляют из цилиндра 25 см³ бензина (окисленный парафин можно растворять в этиловом спирте) и из бюретки 25 см³ 0,5 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия.

Колбу с продуктом соединяют с обратным холодильником и ставят на водянную баню.

Для контрольного опыта в колбу наливают 25 см³ растворителя и 25 см³ 0,5 моль/дм³ спиртового раствора гидроокиси калия.

3.3. Омыление проводят в течение 1 ч на кипящей водянной бане. Содержимое колбы для контрольного опыта кипятят 15 мин. После этого нагрев прекращают, промывают холодильник 5 см³ нейтрализованного этилового спирта и дают ему стечь в течение 1–2 мин.

Содержимое колб титруют в горячем состоянии 0,5 моль/дм³ раствором соляной кислоты в присутствии нескольких капель фенолфталеина. Титрование ведут сначала со скоростью около 80 капель в минуту, а затем медленно до исчезновения окраски. Отсутствие окрашивания в течение 30 с указывает на конец титрования.

3.2, 3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Число омыления (X) испытуемого нефтепродукта в миллиграммах КОН на 1 г вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 28,05K}{m},$$

где V_1 — объем 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование контрольного опыта, см³;

V_2 — объем 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование раствора испытуемого нефтепродукта, см³;

28,05 — масса гидроокиси калия, эквивалентная 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты, мг;

K — поправочный коэффициент к титру 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты;

m — масса навески испытуемого нефтепродукта, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. При наличии в испытуемом нефтепродукте свободной щелочи число омыления нефтепродукта (X_1) в миллиграммах КОН на 1 г вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{[V_1 - (V_2 - 0,5a)m] \cdot 28,05K}{m},$$

где V_1 — объем 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование контрольного опыта, см³;

V_2 — объем 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование раствора испытуемого нефтепродукта, см³;

0,5 — коэффициент пересчета содержания в испытуемом нефтепродукте свободной щелочи;

a — массовая доля в испытуемом нефтепродукте свободной щелочи, выраженная в процентах гидроокиси натрия, определенная по ГОСТ 6707;

28,05 — масса гидроокиси калия, эквивалентная 1 см³ 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты, мг;

K — поправочный коэффициент к титру 0,5 моль/дм³ раствора соляной кислоты;

m — масса навески испытуемого нефтепродукта, г.

4.3. Массовая доля свободных жиров в испытуемом нефтепродукте, не содержащем свободных органических кислот (X_2) в процентах, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X}{190} \cdot 100,$$

где X — число омыления испытуемого нефтепродукта, мг КОН/г;

190 — условное число омыления жира, входящего в испытуемый нефтепродукт, мг КОН/г.

4.2, 4.3. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.4. При наличии в испытуемом нефтепродукте свободных органических кислот содержание свободных жиров (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{X - \text{к. ч.}}{190} \cdot 100,$$

где X — число омыления испытуемого нефтепродукта, мг КОН/г;

к. ч. — кислотное число испытуемого нефтепродукта, мг КОН/г, определенное по ГОСТ 5985;

190 — условное число омыления жира, входящего в испытуемый нефтепродукт, мг КОН/г.

4.5. (Исключен, Изм. № 3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

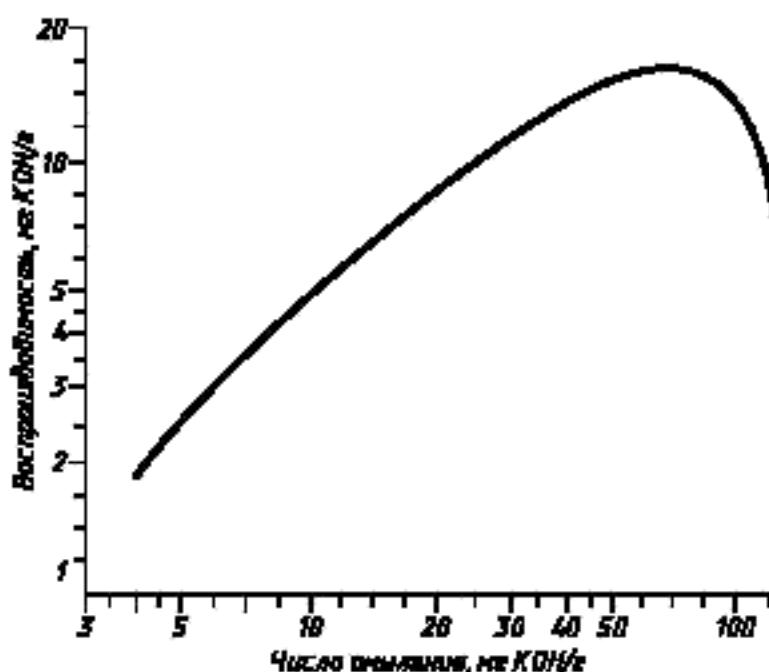
5.2. Сходимость

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (при 95 %-ной доверительной вероятности), если расхождение между ними не превышает значения 0,95 мг КОН/г.

5.3. Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух лабораториях, признаются достоверными (при 95 %-ной доверительной вероятности), если расхождение между ними не превышает значения, определенного по графику для большего результата.

График зависимости воспроизводимости метода от числа омыления



Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.04.76 № 935
- 3. ВЗАМЕН ГОСТ 6764-53, кроме части масел**
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1012-72	1.1
ГОСТ 1770-74	1.1
ГОСТ 3118-77	1.1
ГОСТ 5985-79	4.4
ГОСТ 6707-76	4.2
ГОСТ 8505-80	1.1
ГОСТ 9147-80	1.1
ГОСТ 18300-87	1.1
ГОСТ 24104-80	1.1
ГОСТ 24363-80	1.1
ГОСТ 25336-82	1.1
ТУ 6-09-5360-87	1.1

- 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3-93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6-93)**
- 6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., августе 1986 г., июне 1988 г. (ИУС 5-81, 11-86, 11-88)**