МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА НЕФТЯНЫЕ

Метод определения числа омыления

ГОСТ 17362—71

Mineral oils.
Method of determination of saponification number

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 XIII 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/дм^3 (0,1 н) и 1,0 моль/дм^3 (1,0 н) спиртовые растворы без поправочного коэффициента.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) и 1,0 моль/дм^3 (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).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

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 $^3/_4$ ее объема, тщательно встряхивают.

Если проба масла находится в бутылке, заполненной более чем на $^3/_4$ 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 $^3/_4$ 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 ($ЧО_м$) в мг KOH на 1 г вычисляют по формулам:

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

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

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

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

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 KOH на 1 г, до целого числа — при числе омыления равном или более 50 мг KOH 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

$$X = \frac{ЧО_м \cdot 100}{ЧО_ж},$$

где $ЧО_м$ — число омыления испытуемого масла в мг KOH на 1 г;

$ЧО_ж$ — число омыления жира, входящего в состав испытуемого масла в мг KOH на 1 г, условно принятое за 190 мг KOH 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).**

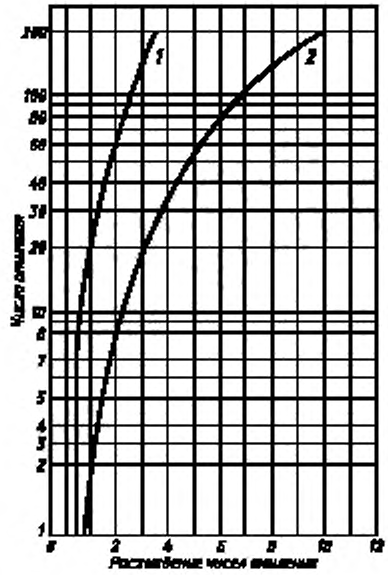
5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

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)**

gost.e-ecolog.ru