МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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 осерненные нефтепродукты.

1. 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 $см^3$;

бюретки 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 ректификованный технический по ГОСТ 18300, свеженейтрализованный;

калия гидроокись по ГОСТ 24363 х. ч. или ч. д. а., 0,5 моль/$дм^3$ спиртовой раствор;

кислота соляная по ГОСТ 3118, 0,5 моль/$дм^3$ 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.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

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 см^3 бензина (окисленный парафин можно растворять в этиловом спирте) и из бюретки 25 см^3 0,5 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия.

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

Для контрольного опыта в колбу наливают 25 см^3 растворителя и 25 см^3 0,5 моль/дм^3 спиртового раствора гидроокиси калия.

3.3. Омыление проводят в течение 1 ч на кипящей водяной бане. Содержимое колбы для контрольного опыта кипятят 15 мин. После этого нагрев прекращают, промывают холодильник 5 см^3 нейтрализованного этилового спирта и дают ему стечь в течение 1—2 мин.

Содержимое колб титруют в горячем состоянии 0,5 моль/дм^3 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/дм^3 раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование контрольного опыта, см^3;

V_2 — объем 0,5 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование раствора испытуемого нефтепродукта, см^3;

28,05 — масса гидроокиси калия, эквивалентная 1 см^3 0,5 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, мг;

K — поправочный коэффициент к титру 0,5 моль/дм^3 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

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

где V_1 — объем 0,5 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование контрольного опыта, см^3;

V_2 — объем 0,5 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование раствора испытуемого нефтепродукта, см^3;

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 см^3 0,5 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, мг;

K — поправочный коэффициент к титру 0,5 моль/дм^3 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.

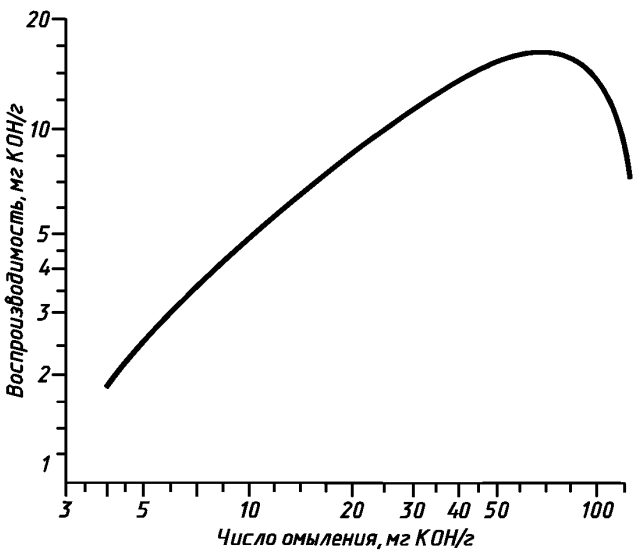
5.2. Сходимость

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)**

gost.e-ecolog.ru