

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 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).