

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 2700 : 1978

**DẦU KHOÁNG -
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ XÀ PHÒNG**

Mineral oils - Method of test for saponification number

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 2700 : 1978 do Vụ kỹ thuật - Bộ Vật tư biên soạn, Cục Tiêu chuẩn trình duyệt, Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Dầu khoáng - Phương pháp xác định chỉ số xà phòng

Mineral oils - Method of test for saponification number

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng các chất có khả năng bị xà phòng hoá ở điều kiện thí nghiệm quy định trong tiêu chuẩn đối với dầu khoáng.

Tiêu chuẩn này không áp dụng đối với dầu thải.

1 Nội dung phương pháp

Hoà tan dầu trong dung môi, đun sôi hỗn hợp này với dung dịch kiềm của rượu, sau đó dùng dung dịch axit clohydric để chuẩn độ kiềm không tham gia phản ứng.

Chỉ số xà phòng là số miligam, hydroxit kali cần thiết để trung hoà các axit béo tự do và xà phòng hoá các este có trong 1 gam dầu khoáng.

2 Dụng cụ, và thuốc thử

2.1 Dụng cụ

Bình nón, dung tích 250 ml;

Sinh hàn hồi lưu đầu nối nhám;

Burét, dung tích 30 ml;

Microburét, dung tích 10 ml;

Pipét, dung tích 2 ml, 5 ml, 25 ml;

Ống đong có miệng rót, dung tích 50 ml;

Bếp điện có dây mai so kín;

Tủ sấy.

TCVN 2700 : 1978

2.2 Thuốc thử

Rượu etylic tinh khiết 96 %;

Toluen loại TKPT;

Hỗn hợp rượu – Toluen tỷ lệ 1 : 2 theo thể tích;

Kali hydroxit, dung dịch rượu 0,1 N và 1,0 N.

Pha chế như sau: tùy theo nồng độ cần một khối lượng kali hydroxyt và hoà tan trong rượu etylic nóng 96 %. Để nguội dung dịch tới nhiệt độ phòng và để lắng vài giờ. Sau đó lọc dung dịch và để lắng 24 giờ trước khi dùng. Hàng tuần phải xác định lại độ chuẩn của dung dịch ít nhất 2 lần để sử dụng cho việc chuẩn các chất;

Axit clohydric, dung dịch 0,1 N và 1,0 N

Chỉ thị xanh kiềm, dung dịch 2 % trong rượu etylic, pha chế như sau: hoà tan 2 gam chất chỉ thị trong 100 ml rượu etylic 90 % trong bình nón 250 ml. Lắp sinh hàn hồi lưu và đun sôi trong 3 giờ. Sau đó để nguội, lọc và thêm rượu etylic 90 % cho đủ thể tích 100 ml; bảo quản dung dịch ở nơi tối.

Hỗn hợp sunfocromic để rửa bình.

3 Chuẩn bị thử nghiệm

3.1 Rửa bình nóng bằng hỗn hợp sunfocromic và rửa lại vài lần dưới vòi nước chảy, sau đó tráng lại bằng nước cất.

Trước mỗi lần thử nghiệm, rót vào bình nón đã rửa sạch 100 ml nước cất, đun sôi 15 phút và sấy khô.

3.2 Lắc kỹ mẫu dầu chứa trong chai (hoặc bình), thể tích dầu không đầy quá 3/4 dung tích. Nếu chai (hoặc bình) chứa đầy quá 3/4 dung tích, phải lắc kỹ chai và rót dầu vào chai khác có cùng dung tích để dầu chứa đầy đến 3/4 dung tích chai và lắc thêm 5 phút nữa.

Đối với loại dầu có độ nhớt cao, cho phép đun nóng lên 80 °C trước khi lắc.

4 Tiến hành thử nghiệm

4.1 Lấy mẫu dầu vào bình nón, lượng mẫu lấy kiểm nghiệm có độ chính xác khi cân phụ thuộc vào chỉ số xà phòng dự đoán và được quy định trong Bảng 1.

Cho thêm vào bình nón chứa mẫu dầu 50 ml hỗn hợp rượu toluen và 25 ml kali hydroxit.

— Nếu chỉ số xà phòng dự đoán lớn hơn 3 mg KOH/1 g dùng kali hydroxit dung dịch rượu 1,0 N.

— Nếu chỉ số xà phòng dự đoán nhỏ hơn 3 mg KOH/1 g dùng kali hydroxit dung dịch rượu 0,1 N.

Bảng 1

Chỉ số xà phòng mg KOH/1 g	Lượng dầu lấy (g)	Độ chính xác khi cân
181 – 400	1	0,002 – 0,001
111 – 180	2	
71 – 110	3	
31 – 70	5	
16 – 30	30	
0 – 15	20	0,002

4.2 Lắp ống sinh hàn hồi lưu vào bình nón, bắt đầu đun sôi 30 phút (kể từ khi bắt đầu có hồi lưu)

Trường hợp sơ bộ kiểm nghiệm dầu chưa biết rõ chỉ số xà phòng phải đun hồi lưu hỗn hợp trong bình 60 phút.

Sau thời gian đã định, ngừng đun nóng, rót vào ống trong của sinh hàn 5 ml hỗn hợp rượu toluen và để cho nó chảy nóng bình nón 2 phút. Tháo sinh hàn, cho thêm vào bình nón 1 ml dung dịch chỉ thị xanh kiềm 6 B và ngay khi dung dịch còn đang nóng, chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric:

- Nếu chỉ số xà phòng của dầu lớn hơn 3 mg KOH/1 g dùng dung dịch axit clohydric 1,0 N.
- Nếu chỉ số xà phòng của dầu nhỏ hơn 3mg KOH/1 g dùng dung dịch axit clohydric 0,1 N.

Trong quá trình chuẩn độ phải lắc liên tục, khi quan sát sự biến đổi màu phải dừng lại vài giây cho hỗn hợp phân lớp và quan sát màu của lớp dưới. Ở giai đoạn cuối của quá trình chuẩn độ, khi màu của dung dịch thay đổi, cho thêm vào bình nón, 1 giọt đến 2 giọt axit clohydric và lắc nhẹ trong 30 giây. Quá trình chuẩn độ kết thúc khi lớp dưới có màu xanh da trời hoặc xanh lá cây.

4.3 Chuẩn độ mẫu trắng

Trình tự tiến hành chuẩn độ mẫu trắng cũng giống như khi chuẩn độ mẫu dầu, trong cả 2 trường hợp phải lấy kali hydroxit bằng một pipet.

4.4 Trường hợp kiểm nghiệm trọng tài phải sử dụng chỉ thị xanh kiềm 6 B mới chuẩn bị.

4.5 Khi kiểm nghiệm dầu không biết rõ chỉ số xà phòng, cần tiến hành theo trình tự trên với 10 g dầu và kali hydroxit , dung tích rượu 1,0 N.

5 Đánh giá kết quả

5.1 Chỉ số xà phòng của dầu ($CX_{\text{dầu}}$) theo mg KOH/1 g tính bằng công thức:

TCVN 2700 : 1978

$$CX_{\text{dầu}} = \frac{(V - V_1).N.56,1}{m} = \text{mg KOH/1 g}$$

trong đó:

V là thể tích dung dịch axit clohydric dùng để chuẩn độ trong mẫu trắng, ml;

V₁ là thể tích dung dịch axit clohydric dùng để chuẩn độ trong mẫu có dầu, ml;

N là nồng độ của axit clohydric;

m là khối lượng dầu lấy để kiểm nghiệm, gam.

5.2 Kết quả xác định làm tròn đến 2 chữ số có nghĩa khi số xà phòng lớn hơn 1 mg KOH/1 g.

5.3 Hàm lượng dầu béo hoặc mỡ tự do trong dầu (X) tính theo công thức:

$$X = \frac{100.(c - b)}{(F - B)}$$

trong đó:

c là chỉ số xà phòng của dầu có pha trộn với mỡ;

B là chỉ số xà phòng của dầu gốc khi chưa cho thêm mỡ vào (chú thích);

F là chỉ số xà phòng của mỡ phụ thêm vào dầu, chỉ số này có thể lấy theo quy ước bằng 190 mg/ KOH/1 g.

CHÚ THÍCH Nếu dầu đem pha trộn với mỡ là một loại dầu gốc chưa pha trộn với các chất khác và đã được lọc, thì chỉ số xà phòng của dầu gốc đó (B) có thể coi bằng không trong phương trình trên.

5.4 Kết quả xác định lấy giá trị trung bình của kết quả 2 lần xác định song song.

Chênh lệch cho phép giữa 2 lần xác định song song không được lớn hơn giá trị quy định trong Bảng 2.

Bảng 2

Chỉ số xà phòng (mg KOH/1 g)	Chênh lệch cho phép (mg KOH/1 g)
Nhỏ hơn hoặc bằng 0,20	0,04
Lớn hơn 0,2 đến 0,5	0,01
Lớn hơn 0,5 đến 1,00	0,15
Lớn hơn 1,00 đến 20	12 % kết quả nhỏ hơn
Lớn hơn 20,00	6 % kết quả nhỏ hơn