

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-71 6016-26
	Dwusiarczek molibdenu (Mopol)	
	Grupa katalogowa X 14 ¹⁾	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest produkt o nazwie handlowej Mopol, będący pod względem chemicznym dwusiarczkiem molibdenu. Mopol otrzymywany jest syntetycznie ze związków molibdenu.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Mopol stosuje się jako środek obniżający współczynnik tarcia. Może być również stosowany jako samodzielny smar stały lub jako dodatek do innych smarów i olejów.

1.3. Normy związane
 PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
 PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach
 PN-70/N-02120 Zasady zapisywania i zaokrąglania liczb
 PN-68/0-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe
 PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
 PN-60/P-79005 Worki papierowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od stopnia rozdrobnienia rozróżnia się 3 rodzaje oznaczone cyframi:
 10 - o granulacji poniżej 10 μm ,
 60 - o granulacji poniżej 60 μm ,
 100 - o granulacji poniżej 100 μm .

2.2. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika oraz zanieczyszczeń rozróżnia się w każdym rodzaju dwa gatunki oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

2.3. Przykład oznaczenia Mopolu o rozdrobnieniu poniżej 10 μm gatunku I:

MOPOL 10 I BN-71/6016-26

3. WYMAGANIA

Wymagania	Rodzaje					
	Mopol 10		Mopol 60		Mopol 100	
	gatunki					
	I	II	I	II	I	II
a) Postać	proszek					
b) Barwa	stalowoniebieska					
c) Dwusiarczku molibdenu, %, co najmniej	96	94	96	94	96	94
d) Żelaza w przeliczeniu na Fe, %, najwyżej	0,2	0,4	0,2	0,4	0,2	0,4
e) Substancji rozpuszczalnych w czterochlorku węgla, %, najwyżej	5	5	5	5	5	5
f) Dwutlenku krzemu, %, najwyżej	0,4	0,6	0,4	0,6	0,4	0,6
g) Stopień rozdrobnienia, μm , poniżej	10	10	60	60	100	100

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE, TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Mopol należy pakować po 50, 25, 10 i 5 kg do worków ze sztucznego tworzywa, które umieszcza się w worku papierowym 6-warstwowym z dwoma wkładkami nie przepuszczającymi wilgoci zgodnym z PN-60/P-79005 i o wymiarach zgodnych z PN-68/0-79027.

Dopuszcza się inne opakowania zgodnie z życzeniem odbiorcy, zabezpieczające produkt w nie mniejszym stopniu jak podano wyżej. Zakowanie opakowania należy wykonać zgodnie z PN-67/0-79252. Na każdym opakowaniu należy umieścić trwałą napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak producenta,
- oznaczenie wg 2.3,
- datę produkcji,
- numer partii,
- masę netto.

4.2. Przechowywanie. Mopol należy przechowywać w warunkach zabezpieczających przed zanieczyszczeniem.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1221-682.

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 1 marca 1971 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1971 r.
 (Mon. Pol. nr 30/1971poz. 193)

4.3. Transport. Mopol należy przewozić krytymi środkami transportowymi. Wystające części konstrukcyjne środka transportowego, jak śruby, haki, należy zabezpieczyć albo usunąć, tak aby nie spowodowały uszkodzenia opakowania.

Worki należy układać płasko w poprzek lub wzdłuż wagonu, ściśle obok siebie na całej powierzchni środka przewozowego, a ewentualne luki zabezpieczyć materiałem wyściółkowym lub w inny sposób, tak aby ładunek tworzył zawartą całość zabezpieczoną przed przesuwaniem się i wzajemnym uszkodzeniem.

5. BADANIA

5.1. Program badań

Rodzaje badań	Grupa badań	
	pełne	niepełne
a) Postać	+	+
b) Barwa	+	+
c) Dwusiarczku molibdenu	+	
d) Żelaza	+	+
e) Substancji rozpuszczalnych w czterochlorku węgla	+	+
f) Dwutlenku krzemu	+	+
g) Stopień rozdrobnienia	+	
+ oznacza obowiązek prowadzenia badań.		

Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej partii.

Badania pełne przeprowadza się na życzenie odbiorcy zgłoszone przy zamówieniu.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi nie więcej niż 500 kg produktu tego samego rodzaju i gatunku.

5.3. Pobieranie próbek należy wykonać wg PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu w zależności od liczności opakowań w partii, należy wybrać w sposób losowy następujące liczby opakowań jednostkowych.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 9	5
10 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
ponad 64	14

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać zgłębnikiem wg PN/C-60010 po 2 próbki pierwotne, każdą o masie co najmniej 100 g.

Pobrane próbki pierwotne należy umieścić w szczelnie zamkniętym naczyniu i dokładnie wymieszać. Z tak sporządzonej próbki ogólnej należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie 200 g.

Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie równe części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą umieścić w szczelnym na-

czyniu i przechowywać do analiz rozjemczych w ciągu 1 miesiąca od daty wysyłki.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie postaci i barwy Mopolu należy przeprowadzić przez oględziny nieuzbrojonym okiem.

5.4.2. Oznaczanie zawartości dwusiarczku molibdenu

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- 8-Hydroksychinolina, 2-procentowy roztwór alkoholowy.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,5).
- Kwas octowy cz.d.a., roztwór 80-procentowy.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- Kwas solny cz.d.a. (1,18) i roztwór 1+1.
- Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 1+1.
- Wskaźnik mieszany: 0,3-procentowy roztwór czerwieni metylowej, do którego każde 100 cm³ dodano 0,05 g błękitu metylenowego.

5.4.2.2. Wykonanie oznaczania. Do zlewki pojemności 400 cm³ odważyć 0,5 g Mopolu z dokładnością do 0,0002 g, dodać 10 cm³ kwasu azotowego, 10 cm³ kwasu solnego (1,18) i ogrzewać ostrożnie. Po zaprzestaniu burzliwej reakcji dodać 10 cm³ kwasu siarkowego i odparować całość na łaźni piaskowej do pojawienia się białych par kwasu siarkowego. Następnie zdjąć zlewkę z łaźni, ostudzić, po czym spłukać ścianki zlewki kilkoma cm³ wody i odparować ponownie na łaźni piaskowej do białych par. Zdjąć ponownie zlewkę z próbka z łaźni, ostudzić, a następnie rozcieńczyć do 100 cm³ wodą destylowaną. Po rozcieńczeniu wytrącić żelazo roztworem wody amoniakalnej, zagotować do wrzenia, odsączyć i przemyć gorącą wodą. Osad wodorotlenku żelaza rozpuścić na sączku gorącym roztworem kwasu solnego (1+1) do zlewki, w której wytrącono poprzednio żelazo i przemyć sączek gorącą wodą. Przesącz zadac roztworem wody amoniakalnej do wytrącenia żelaza i zagotować. Osad wodorotlenku żelaza odsączyć, przemyć wodą, a następnie przesącz połączyć z przesączem z pierwszego wytrącenia żelaza.

Połączone przesącze zakwaszyć roztworem kwasu octowego do pH = 5,2 stosując pehametr. Dopuszcza się stosowanie wskaźnika mieszanego. Zmiana barwy z zielonej na fioletową odpowiada odczynowi 5,2. Następnie wytrącić molibden 50 cm³ roztworu 8-hydroksychinoliny. Osad odsączyć przez tygiel z dnem porowatym G4, uprzednio wysuszony do stałej masy w temperaturze 130°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g. Osad przemyć gorącą wodą do uzyskania bezbarwnego przesącza, po czym wysuszyć do stałej masy w temperaturze 130°C, ostudzić i zważyć.

Zawartość dwusiarczku molibdenu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 0,3847 \cdot 100}{m} \cdot \frac{100}{100 - X_3} \quad (1)$$

w którym:

m_1 - masa osadu, g,

m - odważka Mopolu, g,

X_3 - zawartość substancji rozpuszczalnych w czterochlorku węgla obliczona wg wzoru (3), %.

0,3847 - współczynnik przeliczeniowy 8-hydroksychinolinianu molibdenu na dwusiarczek molibdenu.

5.4.2.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,5%.

5.4.3. Oznaczanie zawartości żelaza

5.4.3.1. Aparatura. Fotokolorymetr lub spektrofotometr.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a. (1,5).
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).
- Kwas solny cz.d.a. (1,18).
- Kwas sulfosalicylowy, roztwór 10-procentowy.
- Roztwory wzorcowe żelaza:

Roztwór A. Odważyć 8,6350 g azynu żelazowo-amonowego $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$, rozpuścić w wodzie z dodatkiem 5 cm^3 kwasu siarkowego (1,84) i mieszając rozcieńczyć roztwór w kolbie pomiarowej do objętości 1 dm^3 . 1 cm^3 roztworu wzorcowego A zawiera 1 mg Fe .

Roztwór B. 25 cm^3 roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 cm^3 , dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm^3 roztworu wzorcowego B zawiera $0,05 \text{ mg Fe}$.

- Woda amoniakalna cz.d.a. (0,9).

5.4.3.3. Wykonanie krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 50 cm^3 odmierzyć 1; 2; 3; 4; 5 i 6 cm^3 roztworu B, dodać 5 cm^3 roztworu kwasu sulfosalicylowego i mieszając dodać wody amoniakalnej do zmiany zabarwienia na kolor żółty, a następnie dodać 10 cm^3 nadmiaru wody amoniakalnej. Roztwór uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Roztworem napełnić kufkę i zmierzyć absorpcję przy długości fali 425 nm (filtr niebieski) w odniesieniu do wody. Uzyskane wartości absorpcji odłożyć na osi rzędnych, a odpowiadające im zawartości żelaza na osi odciętych.

5.4.3.4. Wykonanie oznaczenia. Odważyć 1 g Mopolu z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$, przenieść do zlewki pojemności 400 cm^3 , po czym dodać 10 cm^3 kwasu azotowego, 10 cm^3 stężonego kwasu solnego i ostrożnie ogrzewać. Po zaprzestaniu burzliwej reakcji dodać 10 cm^3 kwasu siarkowego i odparować całość na łaźni piaskowej do pojawienia się białych par kwasu siarkowego.

Następnie zdjąć zlewkę z łaźni, ostudzić, po czym spłukać ścianki zlewki kilkoma cm^3 wody i odparować ponownie na łaźni piaskowej do białych par. Zdjąć ponownie zlewkę z próbki z łaźni, ostudzić, a następnie rozcieńczyć wodą do objętości 50 cm^3 , po czym przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 przez średni sączek, przemyć gorącą wodą i dopełnić wodą destylowaną do kreski.

Do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3 pobrać pipetą 5 cm^3 roztworu próbki dla gatunku I, a 10 cm^3 dla gatunku II, dodać 5 cm^3 kwasu sulfosalicylo-

wego i mieszając dodać wody amoniakalnej do zmiany barwy na kolor żółty. Następnie dodać około 10 cm^3 nadmiaru wody amoniakalnej i uzupełnić wodą do kreski. Zmierzyć absorpcję przy długości fali 425 nm w odniesieniu do wody. Wynik odczytać z krzywej wzorcowej.

5.4.3.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą najwyżej o 10% wyniku wyższego.

5.4.4. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych w czterochlorku węgla. $1,5 \text{ g}$ Mopolu odważyć z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ do czystego, suchego i ważonego z tą samą dokładnością lejka szklanego do sączenia z dnem porowatym G5. Przemyć trzykrotnie czterochlorkiem węgla o łącznej objętości 50 cm^3 przy podłączonej próżni. Następnie wstawić lejek do suszarki i suszyć przez 30 min w temperaturze 100°C . Po tym czasie wyjąć lejek, włożyć do eksykatora i po ostudzeniu do temperatury otoczenia ważyc. Osad należy zachować do oznaczenia zawartości dwutlenku krzemu wg 5.4.5.

Zawartość substancji rozpuszczalnych w czterochlorku węgla (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

m - odważka Mopolu, g,

m_1 - masa Mopolu po wysuszeniu, g.

5.4.5. Oznaczanie zawartości dwutlenku krzemu

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 1+1.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1+1.
- Kwas solny cz.d.a. (1,19) i roztwór 1+1.
- Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczenia. W naczyniu wagowym odważyć 1 g Mopolu otrzymanego z oznaczenia substancji rozpuszczalnych w czterochlorku węgla (5.4.4) z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$. Próbkę przenieść ilościowo do zlewki pojemności 600 cm^3 , dodać 30 cm^3 roztworu kwasu azotowego i ogrzewać na łaźni piaskowej do otrzymania suchej pozostałości, dodać 20 cm^3 roztworu kwasu azotowego i $20 \div 30 \text{ cm}^3$ kwasu solnego (1,18) w celu rozpuszczenia pozostałości. Następnie dodać 20 cm^3 roztworu kwasu siarkowego i ogrzewać aż do całkowitego odpędzenia par kwasów azotowego i solnego i do momentu pojawienia się silnych par kwasu siarkowego oraz wydzielenia się reszty krzemionki. Po ostygnięciu dodać 100 cm^3 wody i ogrzewać do wrzenia. Osad odsączyć na twardym sączku ilościowym i przemyć najpierw gorącą wodą, a następnie wodą z małym dodatkiem wody amoniakalnej, wreszcie roztworem kwasu solnego. Sączek umieścić w odważonym z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ tyglu porcelanowym, spalić i prażyć w temperaturze $800 \div 900^\circ\text{C}$ do stałej masy.

Zawartość dwutlenku krzemu (X_2) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

- m_1 - masa dwutlenku krzemu, g,
- m - odważka Mopolu, g.

5.4.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,05%.

5.4.6. Określenie stopnia rozdrobnienia Mopolu

5.4.6.1. Przyrządy

- a) Mikroskop.
- b) Szkiełko preparatowe z podziałką co 10 μm .

5.4.6.2. Wykonanie oznaczenia. Około 1 ÷ 2 mg Mopolu przenieść na szkiełko preparatowe, wymieszać pręcikiem szklanym z 1 kroplą trójetanoaminy. Z tej mieszanki wziąć część na szkiełko preparatowe i ponownie rozetrzeć z 1 kroplą trój-

etanoaminy. Po przykryciu szkiełkiem należy obserwować rozdrobnienie pod mikroskopem. Mopol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli:

- dla rozdrobnienia poniżej 10 μm w polu widzenia nie będzie 5 ziaren większych od 10 μm ,
- dla rozdrobnienia 60 i 100 μm wszystkie cząstki nie będą większe od obowiązującego rozdrobnienia.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120.

5.6. Ocena wyników badań. Partię mopolu należy uznać za godną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.7. Zaświadczenie producenta o wynikach badań. Producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenie zgodności każdej partii produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/6016-26

1. Istotne zmiany w stosunku do ZN-63/MPCh/SCh-183. Niżej norma zastępuje ZN-63/MPCh/SCh-183, w stosunku do której wprowadzono następujące zmiany:

- wprowadzono produkt o granulacji 10 i 60 μm , wycofano zaś produkt o granulacji 200 μm ,
- zmieniono metodę oznaczania zawartości dwusiarczku molibdeniu, co spowodowało obniżkę zawartości głównego składnika,

- wyeliminowano oznaczanie zawartości substancji lotnych a wprowadzono oznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w czterochlorku węgla i sprawdzanie stopnia rozdrobnienia.

2. Odpowiedniki w normach zagranicznych

NRD TGL 10596-64 Molibdenbisulfit. Schmierstoffe