

ROPA NAFTOWA GAZ ZIEMNY I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Oznaczanie zawartości chloru związanego jonowo w smarach stałych	0530-06
		Zamiast RN-60/MPCh-1772
		Grupa katalogowa II 09

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości chloru związanego jonowo w smarach stałych.

1.2. Określenia. Chlor związany jonowo znajduje się w smarze w postaci chlorków stanowiących zanieczyszczenie surowców użytych do produkcji.

1.3. Normy związane

PN-61/C-04000 Przetwory naftowe. Pobieranie próbek

PN-60/C-96115 Przetwory naftowe. Parafiny

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Przyrządy:

- Zlewka wysoka pojemności 600 ÷ 1000 ml.
- Cylinder pomiarowy pojemności 20 ÷ 25 ml.
- Kolba stożkowa pojemności 500 ml.
- Lejek szklany.
- Bibuła do sączenia twarda.
- Biurety pojemności 25 ÷ 50 ml (2 sztuki).
- Pręcik szklany.
- Kawałki niepolerowanej porcelany.
- Szkiełko zegarowe.

2.2. Odczynniki

- Kwas azotowy cz.d.a. 1,40.
- Parafina RII-52 wg PN-60/C-96115.
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Siarczan żelazowo-amonowy cz.d.a: do nasyczonego w temperaturze $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ roztworu siarczanu żelazowo-amonowego dodawać kwasu azotowego do zniknięcia ciemnobrunatnego zabarwienia. Unikać dużego nadmiaru kwasu azotowego.
- Nitrobenzen cz.d.a.

2.3. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie powinno być wykonane w atmosferze wolnej od par chlorowodoru.

Instytut Technologii Nafty
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 22 września 1964 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 27 stycznia 1965 (Mon. Pol. nr 5/1965 poz. 17)

Z próbki pobranej zgodnie z PN-61/C-04000 odważyć około 100 g smaru z dokładnością do 0,1 g i ogrzewać do wrzenia w zlewce z 200 ml wody destylowanej i 15 ml kwasu azotowego.

Do zlewki wrzucić kilka okruchów niepolerowanej porcelany w celu zapewnienia równomiernego wrzenia i przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym. Gotować do zupełnego rozkładu smaru, tj. do uzyskania jednolitej warstwy olejowej i zupełnie klarownego roztworu wodnego. Do gorącej zawartości zlewki dodać około 30 g parafiny RII-52 i ogrzewać do jej stopienia, a następnie ochłodzić do temperatury $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Zestaloną warstwę parafiny przebić w dwóch miejscach pręcikiem szklanym i przesączyć roztwór wodny przez sączek z bibuły do sączenia twardej do kolby stożkowej. Zlewkę przemyć wodą destylowaną i roztwory z przemycia przesączyć przez ten sam sączek. Do przesączu dodać z biurety, ciągle mieszając, 10 ml 0,1n azotanu srebra. Następnie dodać 3 ml nitrobenzenu, 1 ml siarczanu żelazowo-amonowego i zawiesinę dobrze wytrząsać. Nadmiar azotanu srebra odmiareczkować 0,1n roztworem rodanku amonowego do pojawienia się brązowoczerwonego zabarwienia nie znikającego w ciągu 5 min.

W tych samych warunkach wykonać oznaczanie z samymi odczynnikami bez smaru (ślepa próba).

Zawartość jonów chlorowych (X) w procentach wagowych obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,00355 (V - V_1)}{m} \cdot 100$$

w którym:

0,00355 - zawartość chloru odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n azotanu srebra, g,

V - objętość 0,1n roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania w ślepej próbie, ml,

V_1 - objętość 0,1n roztworu rodanku amonowego zużytego do miareczkowania we właściwej próbie, ml,

m - odważka badanego smaru, g.

2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,002%.

K O N I E C