

ROPA NAFTOWA I JEJ PRZETWORY	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Oznaczanie potencjału myjącego olejów silnikowych	0535-19
		Grupa katalogowa II 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie potencjału myjącego świeżych olejów silnikowych zawierających dodatki myjąco-dyspergujące (detergenty).

1.2. Określenia. Potencjał myjący jest to zdolność oleju z detergentem (lub detergentu w oleju) do zapobiegania aglomeracji fazy rozproszonej. Potencjał myjący daje ilościową ocenę zdolności dodatku myjącego do zabezpieczenia wysokiej dyspersyjności cząstek, powstałych w oleju w wyniku jego utleniania, lub zanieczyszczeń, przedostających się do oleju z komory spalania, w postaci sadzy i innych produktów niecałkowitego spalania, lub też zanieczyszczeń mechanicznych (starte części metalu, pył i inne).

Potencjał myjący wg niniejszej normy równa się liczbowo największej zawartości substancji wzorcowej w badanym oleju, wyrażonej w procentach wagowych, przy której olej zachowuje jeszcze zdolność zapobiegania aglomeracji fazy rozproszonej, utrzymując ją w stanie dyspersji bez wydzielania osadu.

1.3. Normy związane

PN-66/C-04000 Ropa naftowa i przetwory naftowe.

Pobieranie próbek

PN-60/M-53816 Termometr do pomiaru temperatury zapłonu metodą Brenkena

PN-61/M-59107 Materiały ściernie. Wielkość ziarna

PN-56/C-96022 Przetwory naftowe. Benzyna do ekstrakcji

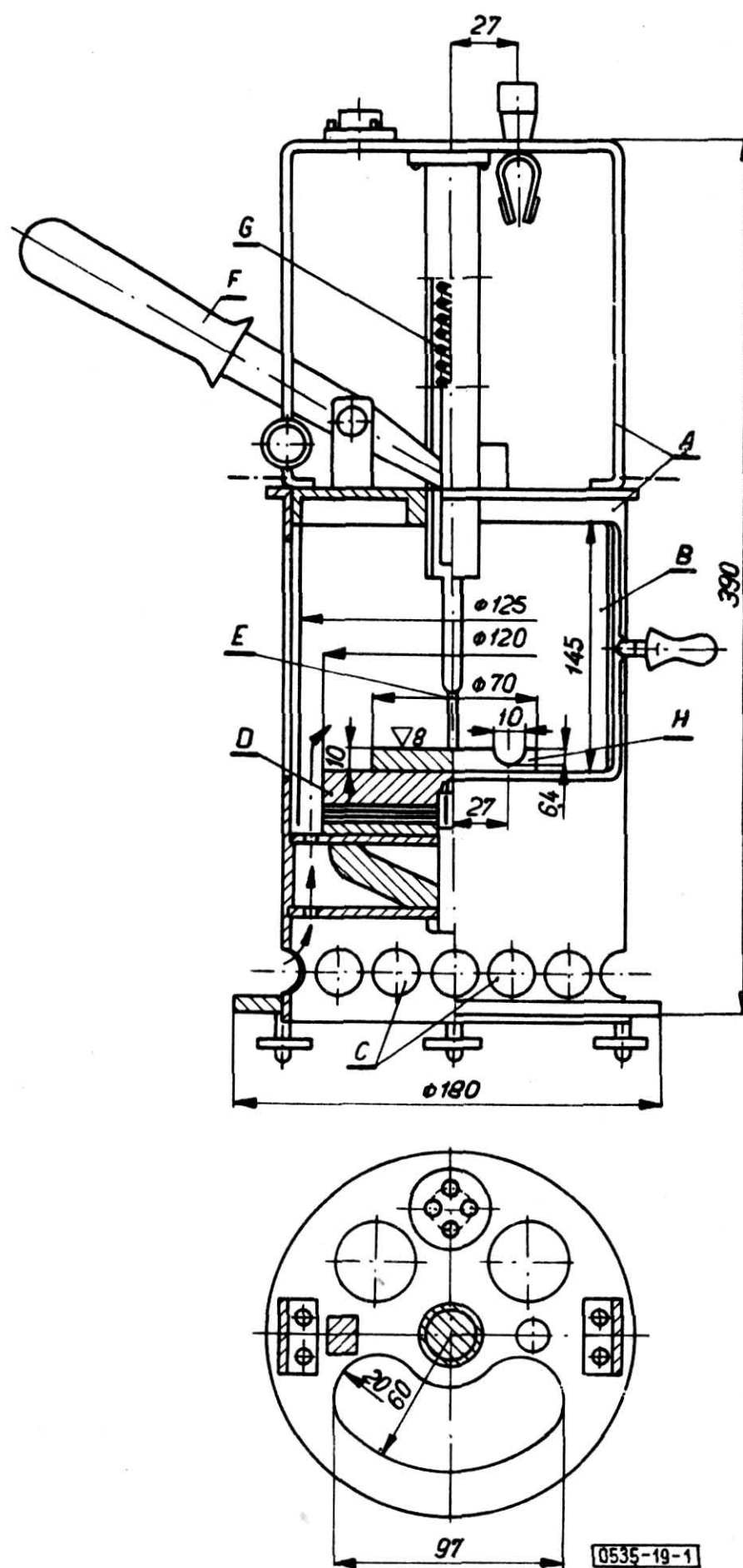
BN-67/6191-80 Odczynniki. Benzen

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na utlenianiu w temperaturze 250°C w warunkach określonych niniejszą normą badanego oleju zmieszanego z różnymi określonymi stężeniami substancji wzorcowej tworzącej w tych warunkach fazę rozproszoną. Następnie ocenia się stopień aglomeracji fazy rozproszonej na podstawie szybkości sączenia i stopnia zanieczyszczenia utlenionych próbek.

2.2. Przyrządy i materiały

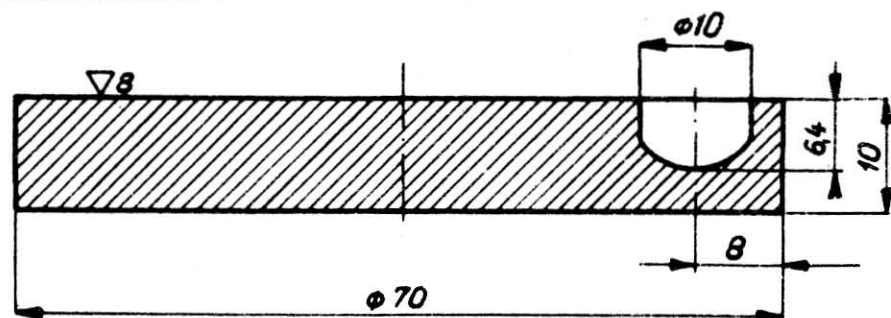
a) Termostat do utleniania próbek wg rys. 1; w skład termostatu wchodzi:



Rys. 1

- otwarty od góry kadłub metalowy A, zaopatrzony w przesuwane drzwiczki B, w którego dolnej części znajdują się równomiernie rozmieszczone otwory C umożliwiające przepływ powietrza;

- obudowany grzejnik elektryczny D o mocy 600 W, umożliwiający równomierne ogrzewanie płyty termostatu do temperatury 350°C ;

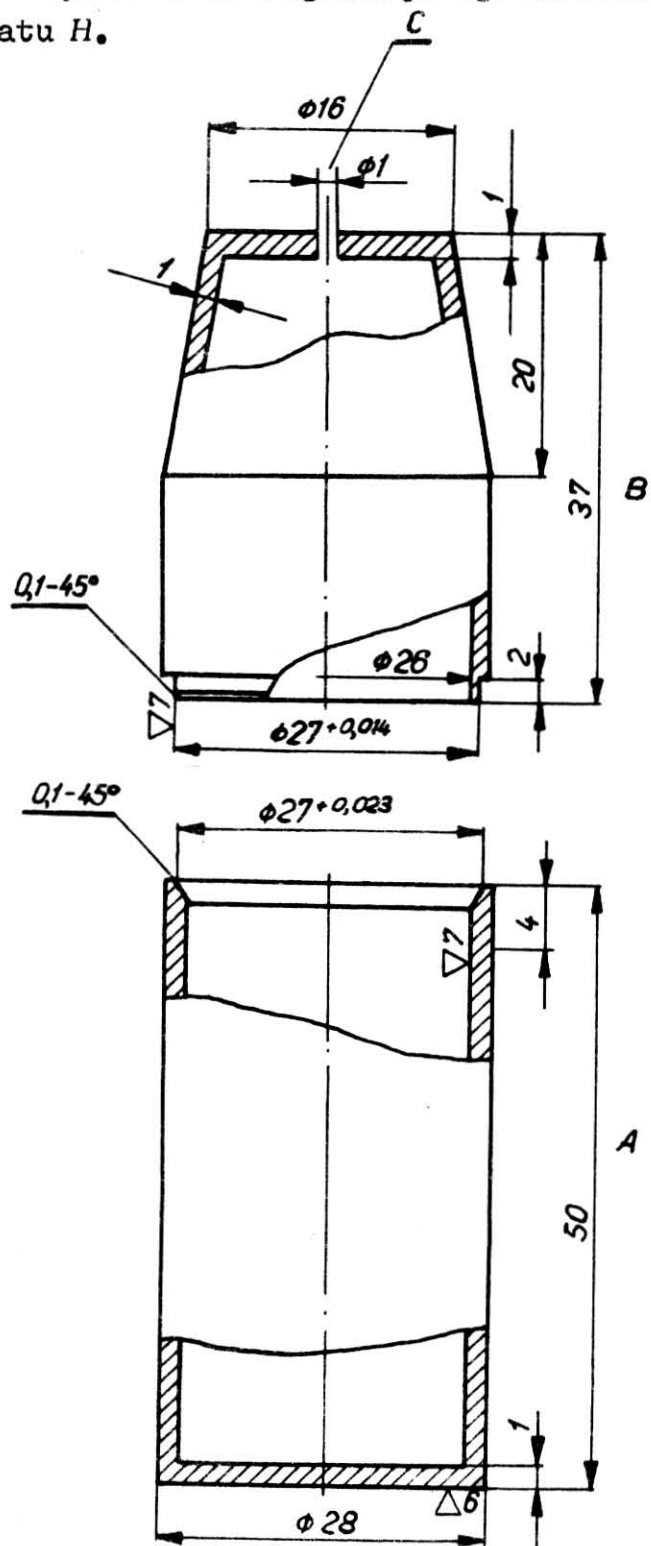


Rys. 2

0535-19-2

- płyta stalowa H przedstawiona na rys. 2, posiadająca wgłębienie wypełnione stopem łatwotopliwym, w którym umieszcza się kulke termometru; płyta H jest dociśnięta do powierzchni grzejnika przy pomocy pręta E z rękojeścią F i sprężyną G; płyta H powinna ściśle przylegać do powierzchni grzejnika w celu zapewnienia równomiernego ogrzewania całej powierzchni;

- urządzenie do regulacji ogrzewania płyty termostatu H.

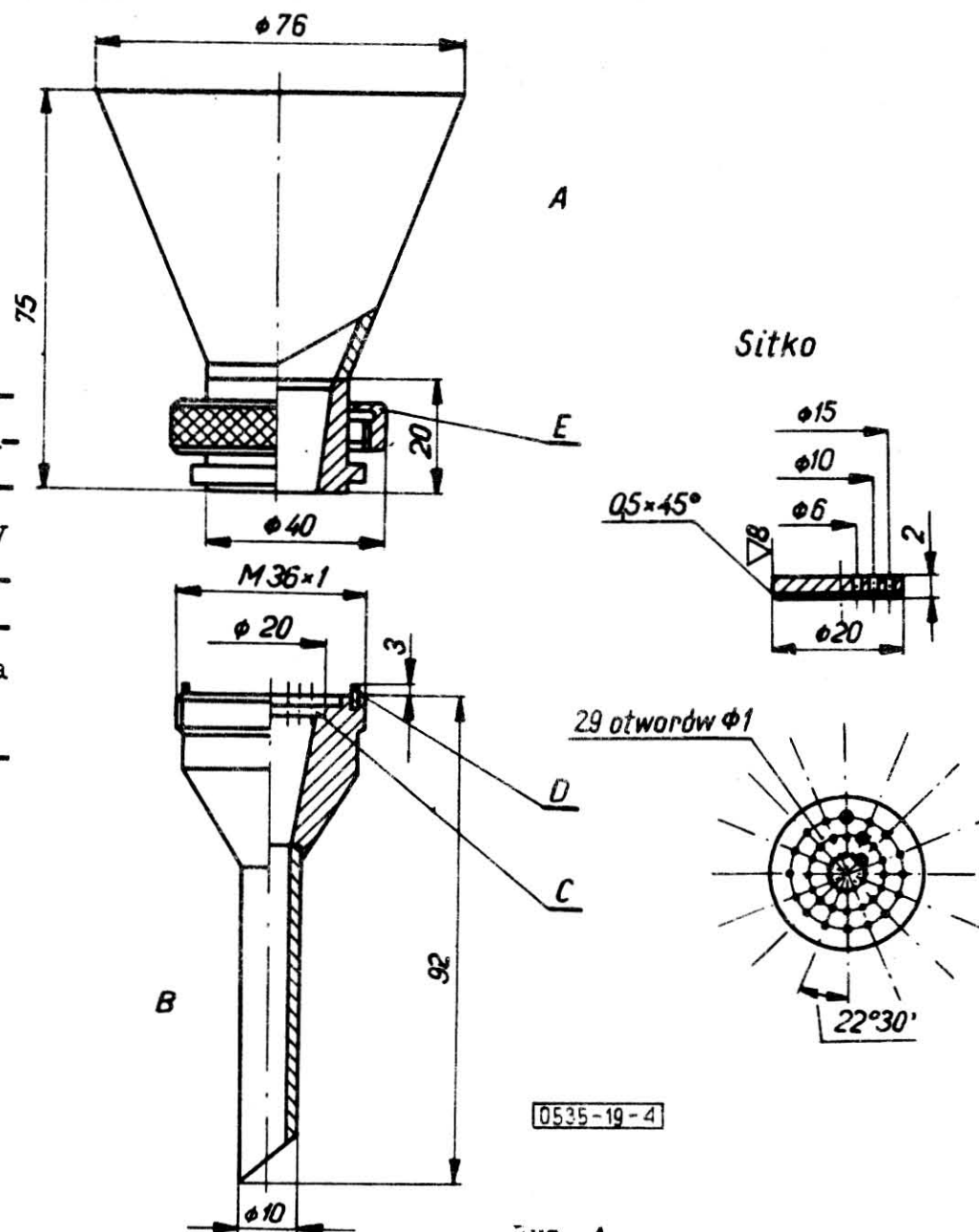


Rys. 3

0535-19-3

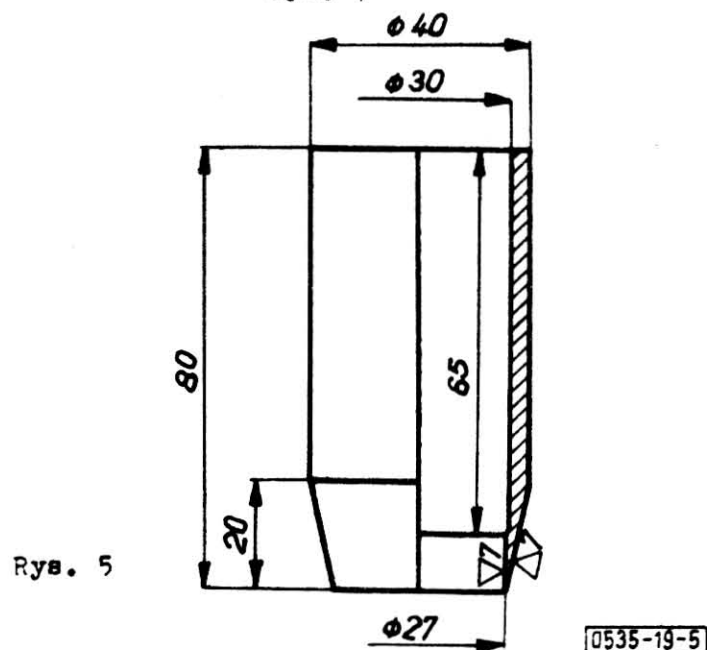
b) Cztery gilzy ze stali nierdzewnej wg rys. 3 do utleniania próbek. Gilza składa się z cylindrycznego cienkościennego naczynia A, zamykanego stożkowym kołpaczkiem B, z otworkiem C w górnej części.

c) Lejek dwuczęściowy ze stali nierdzewnej wg rys. 4 do sączenia utlenionych próbek. Lejek składa się z górnej części stożkowej A, która może być wykonana z tworzywa sztucznego odpornego na działanie produktów naftowych, oraz z dolnej odprowadzającej części B, w której jest umieszczone sitko C. Obie części łączy się za pomocą kołków D i nakrętki nasadowej E.



Rys. 4

0535-19-4



Rys. 5

0535-19-5

d) Wycinak stalowy wg rys. 5 do wycinania sączków z bibuły.

e) Szczypce stalowe z końcami owiniętymi sznurkiem azbestowym.

f) Pompa próżniowa dająca podciśnienie 20 ÷ 30 mmHg.

g) Sekundomierz.

h) Kolba do sączenia pod próżnią, pojemności 500 cm³.

i) Termometr naftowy Brenkena wg PN-60/M-53816 do termostatu.

j) Suszarka laboratoryjna z termoregulacją zapewniającą utrzymanie temperatury 200 ± 1°C.

k) Płótno lub papier ścierny o nasypie karborundowym, o ziarnie 8(150) i 5(240) wg PN-61/M-59107.

l) Stop metalowy o temperaturze topienia nie wyższej niż 230°C.

1) Sączki papierowe twarde (trudno przepuszczalne)¹⁾.

¹⁾Np. sączki niemieckie Filtrak nr 390 (opaska niebieska) lub Düren nr 640 d) (opaska zielona) lub radziecki "Sinaja lenta".

m) Płytki ceramiczne.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Substancja wzorcowa: olej podstawowy na Superol 11 o właściwościach podanych w tabl. 1, z dodatkiem 2,5% Santolube 393 produkcji Monsanto Chemical Ltd, Victoria Street London SW1.

Tablica 1

Wymagania	
Lepkość kinematyczna w temperaturze 100°C, cSt	10÷11
Wskaźnik lepkości, nie niższy niż	70
Temperatura krzepnięcia, °C, nie wyższa niż	-9
Pozostałość po spopieleniu, %, nie więcej niż	0,01
Pozostałość po koksovaniu, %, nie więcej niż	0,25
Zawartość wody, %, nie więcej niż	0,05
Zawartość stałych ciał obcych, %	nie zawiera
Zawartość furfuruolu, mg/l, nie więcej niż	20
Odczyn wyciągu wodnego	obojętny
Liczba kwasowa, mg KOH/g, nie większa niż	0,06

Substancję wzorcową sprawdzić po przygotowaniu, a następnie co 6 miesięcy w następujący sposób: W zlewce przygotować 5-procentowy roztwór substancji wzorcowej w oleju podstawowym na Superol 11. Pobrać do gilzy i zważyć 5 g z dokładnością $\pm 0,05$ g tak przygotowanego roztworu. Następnie gilzy umieścić w termostacie do utleniania i utrzymywać w temperaturze 250°C przez 30 min. Po utlenieniu roztwór ochłodzić do temperatury $20 \pm 2^\circ\text{C}$, rozcieńczyć 45 cm³ benzenu i przesączyć jak w 2.5.1, mierząc sekundomierzem czas sączenia i określając stopień zanieczyszczenia sączka wg tabl. 3. Szybkość sączenia powinna być zadowalająca, a stopień zanieczyszczenia sączka powinien wynosić III lub IV. Jeżeli substancja wzorcowa po dłuższym przechowywaniu nie spełnia tych warunków, nie nadaje się do użytku i należy przygotować nową. Substancję wzorcową należy przechowywać w butelce ze szkła ciemnego.

b) Benzen czysty wg BN-67/6191-80.

c) Kwas solny stężony techniczny.

d) Benzyna do ekstrakcji wg PN-56/C-96022 rodzaj II lub III.

2.4. Przygotowanie do oznaczania. Gilzy z kołpaczami przed pierwszym użyciem przemyć benzyną do ekstrakcji, wytrzeć szmatką do sucha, zanurzyć na kilkanaście sekund w stężonym kwasie solnym, przemyć dokładnie w strumieniu wody bieżącej, wytrzeć do sucha, a następnie oczyścić do połysku papierem lub płótnem ściernym o ziarnie nasypowym 8(150), a następnie 5(240). Wnętrza gilz i kołpaczków oczyścić przy pomocy wirującego korka gumowego, oklejonego płótnem ściernym i osadzonego na wale małego silnika elektrycznego. Na koniec przemyć gilzy i kołpaczki benzyną do ekstrakcji i wysuszyć na powietrzu. Po każdym użyciu gilzy należy dokładnie przemyć benzyną, a przed następnym użyciem należy je przetrzeć do połysku papierem lub płótnem ściernym o ziarnie nasypowym 5(240) i przemyć benzyną do ekstrakcji.

nym o ziarnie nasypowym 5(240) i przemyć benzyną do ekstrakcji.

Sączki o średnicy 27 mm wyciąć z bibuły do sączenia przy pomocy wycinaka (rys. 5) i młotka.

Dolną część lejka (rys. 4) osadzić na gumowym korku w szyjce kolby do sączenia połączonej z pompą próżniową, na sitko nałożyć sączek z bibuły, nasadzić górną część lejka na kołki D i zakręcić nakrętkę nasadową.

Próbki badanego oleju pobierać zgodnie z PN-66/C-04000.

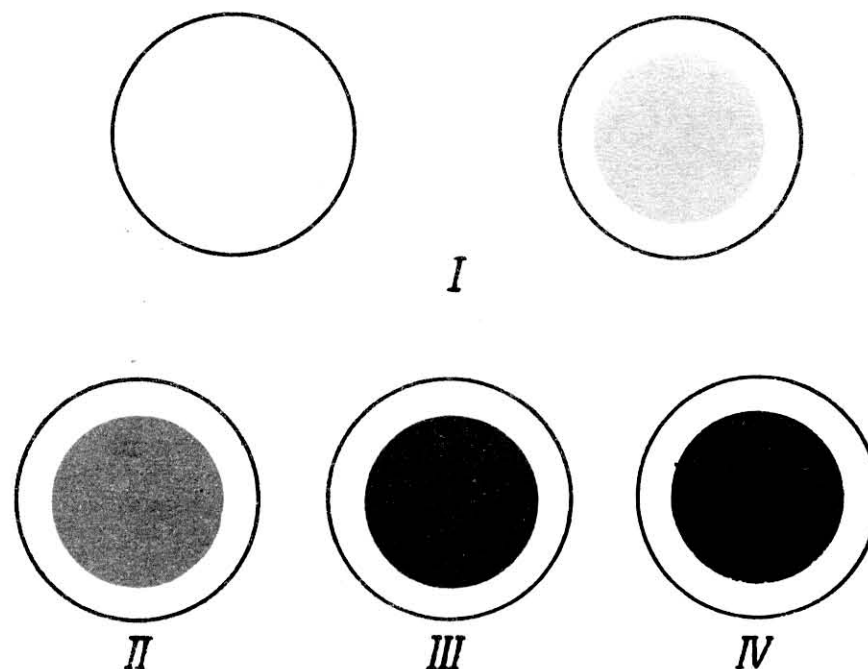
2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Oznaczanie szybkości sączenia oleju i stopnia zanieczyszczenia sączka. Do zlewki pobrać 5 cm³ badanego oleju i rozcieńczyć 45 cm³ czystego benzenu. Włączyć pompę próżniową, przemyć lejek z sączkiem wg 2.2 1) 10 cm³ benzenu pod ciśnieniem $20 \div 30$ mmHg, a następnie sączyć mierząc sekundomierzem czas sączenia. Po tej czynności przemyć lejek 10 $\div$ 20 cm³ benzenu. Wyłączyć pompę, zdjąć górną część lejka i ostrożnie wyjąć sączek, po czym dokładnie go obejrzyć.

Ustalić ocenę szybkości sączenia oleju wg tabl. 2 oraz stopień zanieczyszczenia sączka wg tabl. 3. Przy ocenie stopnia zanieczyszczenia sączka można posługiwać się pomocniczo rys. 6.

Tablica 2

Czas sączenia próbki, min	Ocena szybkości sączenia
do 2	dobra
powyżej 2 do 5	zadowalająca
powyżej 5	niezadowalająca



0535-19-6

Rys. 6

Tablica 3

Wygląd sączka	Stopień zanieczyszczenia
Sączek biały lub jasnoszary	I
Sączek szary lub jasnobrunatny bez wyraźnie widocznego osadu	II
Sączek ciemnoszary lub brunatny z wyraźnie widocznym osadem dowolnego koloru	III
Sączek czarny	IV

Jeżeli badany roztwór sączy się niezadowalająco (powyżej 5 min), to niezależnie od zewnętrznego wyglądu sączek należy zaliczyć do IV stopnia zanieczyszczenia.

2.5.2. Oznaczanie potencjału myjącego

2.5.2.1. Sprawdzenie czystości badanego oleju.

Wlać do zlewki 5 cm³ badanego oleju, rozcieńczyć 45 cm³ benzenu i następnie przesączyć w sposób opisany w 2.5.1. W przypadku gdy badany olej sączy się dobrze lub zadowalająco przy stopniu zanieczyszczenia sączka I lub II, potencjał myjący badanego oleju należy oznaczać wg 2.5.2.2. i 2.5.2.3. W przypadku gdy badany olej sączy się niezadowalająco lub stopień zanieczyszczenia sączka jest wyższy od II, badany olej należy ogrzać do temperatury 90 ÷ 100°C, przesączyć przez twarde sączek wg 2.2 k), po czym sprawdzić wg 2.5.1 szybkość sączenia oleju i stopień zanieczyszczenia sączka.

W przypadku gdy olej nadal sączy się niezadowalająco lub stopień zanieczyszczenia sączka jest większy od II, nie można oznaczyć w nim potencjału myjącego.

2.5.2.2. Jakościowe oznaczanie potencjału myjącego. Do gilzy stalowej odważyć 5 ± 0,05 g badanego oleju, nałożyć kołpaczek i umieścić gilzę na płycie termostatu ogrzanego do temperatury 250 ± 5°C.

Po 30 min wyjąć szczypcami gilzę z termostatu i celem ochłodzenia do temperatury 20 ± 2°C ustawić ją na płytce ceramicznej. Następnie rozcieńczyć utleniony olej 45 cm³ benzenu i sączyć przez lejek z sączkiem wg 2.2 k). Jeżeli roztwór utlenionego oleju w benzenie sączy się niezadowalająco lub zanieczyszczenie sączka jest większe od II stopnia, to potencjał myjący badanego oleju jest

równy zeru.

Jeżeli roztwór utlenionego oleju w benzenie sączy się dobrze lub zadowalająco, a zanieczyszczenie sączka jest I lub II stopnia, to badany olej ma potencjał myjący, którego wielkość można oznaczyć wg 2.5.2.3.

2.5.2.3. Ilościowe oznaczanie potencjału myjącego. W zlewkach przygotować kolejno kilka mieszanin badanego oleju z różnymi stężeniami substancji wzorcowej podanej w 2.3 a) (co 5%), dobierając takie stężenie substancji wzorcowej w oleju, przy którym roztwór benzenowy sączy się dobrze lub zadowalająco, a stopień zanieczyszczenia sączka wynosi I lub II. Stężenie substancji wzorcowej określić w procentach wagowych. Z każdej zlewki odważać po 5 ± 0,05 g mieszaniny i utleniać w termostacie jak w 2.5.2.2. Po utlenieniu mieszaninę ochłodzić, rozcieńczyć benzenem i sączyć jak w 2.5.1 i 2.5.2.2. Najwyższe stężenie substancji wzorcowej w badanym oleju, przy którym roztwór benzenowy utlenionej próbki sączy się dobrze lub zadowalająco, a zanieczyszczenie sączka jest I lub II stopnia, jest wskaźnikiem potencjału myjącego badanego oleju. Jeżeli np. najwyższe stężenie substancji wzorcowej wynosiło 75%, to potencjał myjący tego oleju wynosi 75.

W przypadku oznaczania potencjału myjącego oleju, który przed oznaczaniem musiał być sączony wg 2.5.2.1, wynik podawać z symbolem s, np. 75s.

2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o ± 5 jednostek.

Wynik podawać w zaokrągleniu do 5 jednostek.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-67/0535-19

Przykład protokołu oznaczania potencjału myjącego

Rodzaj próbki	Przed utlenieniem		Po utlenieniu		Potencjał myjący
	szybkość sączenia	stopień zanieczyszczenia sączka	szybkość sączenia	stopień zanieczyszczenia sączka	
Olej nr 1	dobra	I	dobra	I	15
Olej nr 1 z 10% substancji wzorcowej	-	-	dobra	I	
Olej nr 1 z 15% substancji wzorcowej	-	-	dobra	I	
Olej nr 1 z 20% substancji wzorcowej	-	-	dobra	IV	
Olej nr 2	dobra	III	-	-	40 s
Olej nr 2 po przesączeniu	dobra	I	zadowalająca	I	
Olej nr 2 z 40% substancji wzorcowej	-	-	zadowalająca	II	
Olej nr 2 z 45% substancji wzorcowej	-	-	zadowalająca	III	
Olej nr 2 z 50% substancji wzorcowej	-	-	zadowalająca	III	
Olej nr 3	dobra	I	zadowalająca	III	0
Olej nr 4	dobra	I	niezadowalająca	IV	0