

ROPA NAFTOWA GAZ ZIEMNY I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Wykrywanie nitrobenzenu w olejach	0535-17
		Zamiast RN-61/MPCh-1909
		Grupa katalogowa II 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda wykrywania nitrobenzenu w olejach smarowych selektywnie rafinowanych.

1.2. Czulość metody. Najmniejsza ilość nitrobenzenu, którą można wykryć, wynosi 0,01%.

1.3. Normy związane
PN-61/C-04000 Przetwory naftowe. Pobieranie próbek

2. METODA WYKRYWANIA

2.1. Zasada wykrywania. Metoda wykrywania polega na redukcji nitrobenzenu do aniliny, następnie na zdwuazowaniu aniliny i sprzęgnięciu β -naftolem na barwnik dwuazowy.

2.2. Przyrządy

- a) Rozdzielacze pojemności 150 ÷ 200 ml z krótką nóżką.
- b) Cylindry pomiarowe pojemności 100 i 50 ml.
- c) Kolby stożkowe pojemności 500 ml.
- d) Bibuła do sączenia.
- e) Łaźnia oziębiająca.

2.3. Odczynniki

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany.
- b) Benzen cz.d.a.
- c) Mieszanina alkoholowo-benzenowa w stosunku 1:1.
- d) Kwas solny cz.d.a. stężony (1,19).
- e) Kwas solny cz.d.a., roztwór 4-procentowy.
- f) Azotyn sodowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy (należy go sporządzić bezpośrednio przed analizą).
- g) β -Naftol cz.d.a.
- h) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- i) Węglan sodowy krystaliczny cz.d.a.
- j) Rtęć metaliczna.
- k) Cynk metaliczny granulowany.

Instytut Technologii Nafty
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 15 września 1965 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 kwietnia 1966 r.

(Mon. Pol. nr poz.)

2.4. Przygotowanie do badania

2.4.1. Przygotowanie roztworu β -naftolu. Rozpuścić 5 g β -naftolu w 150 ml 30-procentowego roztworu wodorotlenku potasowego, zmieszać z roztworem węglanu sodowego, przygotowanym przez rozpuszczenie 50 ÷ 55 g krystalicznego węglanu sodowego w 325 ml wody destylowanej.

2.4.2. Przygotowanie amalgamatu cynku. Odważyć w kolbie stożkowej 300 g rtęci, wlać do niej 3 ÷ 5 ml 4-procentowego roztworu kwasu solnego i dodać 5,5 ÷ 6 g cynku. Po rozpuszczeniu się cynku otrzymany amalgamat przesączyć przez sącdek z otworkami w środku wykonanymi przez nakłucia szpilką. Amalgamat przygotowany w sposób wyżej podany można używać wielokrotnie, po uprzednim zbadaniu na zawartość nitrobenzenu. Amalgamat przemyć mieszaniną alkoholowo-benzenową, używając każdorazowo 20 ÷ 30 ml mieszaniny alkoholowo-benzenowej. Jeżeli badanie nie wykazało obecności nitrobenzenu, amalgamat może być użyty do następnego badania bez przemycia, ale tylko w tym przypadku, gdy w czasie przemywania nie pozostawał nie zmywający się osad. Jeżeli stwierdzi się obecność nie zmywającego się osadu, należy przygotować nową porcję amalgamatu.

2.4.3. Wykonanie badania. W kolbie stożkowej odważyć około 5 g badanego oleju pobranego zgodnie z PN-61/C-04000, następnie wlać do niej 30 ml mieszaniny alkoholowo-benzenowej i 3 ml stężonego kwasu solnego. Po wymieszaniu zawartość kolby przelać ilościowo do rozdzielacza i dodać 20 ml amalgamatu cynku, przygotowanego wg 2.4.2. Rozdzielacz zamknąć dobrze dopasowanym korkiem i wytrząsać energicznie w ciągu 2 min w celu oddzielenia się amalgamatu. Po upływie tego czasu rozdzielacz z oddzielonym amalgamatem umieścić w łaźni oziębiającej o temperaturze $0 \pm 2^{\circ}\text{C}$. Zawartość rozdzielacza oziębic do temperatury 4°C , po czym dodać 5 ml roztworu azotynu sodowego i wstrząsnąć. Rozdzielacz umocować natychmiast na statywie, ustawiając pod nim na białej kartce papieru (dla lepszej obserwacji zmiany barwy) kolbę stożkową z 15 ml roztworu β -naftolu, przygotowanego wg 2.4.1. Dolną warstwę mieszaniny z rozdzielacza spuścić do kolby z β -naftolem, mieszać zawartość kolby, obserwując zmianę barwy oraz wytrącanie się osadu.

Równoległe z właściwą próbą wykonać ślepa próbę, używając do niej oleju o zbliżonej barwie, nie zawierającego nitrobenzenu. Obserwacje przeprowadzać równocześnie w próbie właściwej i ślepej w ciągu pierwszej minuty od chwili dodania mieszaniny z rozdzielaczy do roztworu β -naftolu.

Jeżeli roztwór zabarwi się na kolor żółty lub pomarańczowy (w odróżnieniu od żółtozielonej barwy ślepej próby) oraz wytrąci się osad o zabarwieniu jasnoróżowym do czerwonego, uznać, że nitrobenzen jest obecny w badanym oleju.

Jeżeli reakcja barwna jest mało wyraźna lub jeżeli występuje tylko zabarwienie w próbce właściwej odmienne niż w ślepej, ale bez wytrącania się osadu, postępować w następujący sposób. Umieścić pod rozdzielaczem z próbą właściwą sącdek ilościowy twardy i spuścić na niego kilka kropli mieszaniny z dolnej warstwy rozdzielacza, po czym dodać za pomocą mikropipetki kroplę roztworu β -naftolu. Jeżeli na bibule powstanie różowy osad, uznać, że nitrobenzen jest obecny w badanym oleju w bardzo małych ilościach.

K O N I E C