

BN-76/0533-01

PALIWO LOTNICZE ATK

ROPA NAFTOWA I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA		BN-76
	Paliwo lotnicze ATK		0533-01
			Zamiast BN-70/0533-01
			Grupa katalogowa II 17

1 WSTĘP

cd tabl 1

1.1 Przedmiot normy Przedmiotem normy jest paliwo lotnicze ATK otrzymywane z zachowawczej destylacji ropy naftowej

1.2 Zakres stosowania przedmiotu normy Paliwo lotnicze ATK stosuje się do napędu silników turbospalinowych

1.3. Określenia podano w rozdz 5, przy omawianiu poszczególnych oznaczeń

2 OZNACZENIE

PALIWO LOTNICZE ATK BN-76/0533-01

3 WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne Paliwo lotnicze ATK powinno być zakwalifikowane do eksploatacji na sprzęcie lotniczym, na podstawie przeprowadzonych odpowiednich prób i powinno być produkowane zgodnie z zatwierdzonym procesem technologicznym

3.2. Badania organoleptyczne Paliwo lotnicze ATK o temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ wlane do cylindra szklanego średnicy 40–55 mm i oglądane w świetle przechodzącym powinno być klarowne, bez zmętnienia i zawieszonych kropelek wody oraz nie powinno zawierać zanieczyszczeń opadających na dno cylindra

3.3. Zestawienie wymagań fizycznych i chemicznych oraz metody badań — wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania		Metody badań wg
1	2	3
a) Zawartość węglowodorów aromatycznych, % obj, nie więcej niż	20	PN-76/C-04100
b) Zawartość węglowodorów nienasyconych, % obj, nie więcej niż	5	PN-76/C-04100

Wymagania		Metody badań wg
1	2	3
c) Wartość opałowa, Btu/lb, nie niższa niż cal/g, nie niższa niż lub Iloczyn ciężaru właściwego w ° API i punktu anilnowego nie mniejszy niż	18 400 10 220	5 2
d) Działanie korodujące na płytkach miedzianych w temperaturze 100°C (212°F), numer klasyfikacyjny wg ASTM, nie wyższy niż	5 250 1	5 3 5 4
e) Działanie korodujące na płytce srebrnej, numer klasyfikacyjny, nie wyższy niż	1	BN-73/0533-09 5 5
f) Destylacja		
— początek destylacji, °C,	nie normalizuje się, wyniki podawać w atestach	
— do temperatury 200°C , przedestylowuje, % obj, nie mniej niż	20	
— 20% obj, przedestylowuje do temperatury, °C	nie normalizuje się wyniki podawać w atestach	
— 50% obj, przedestylowuje do temperatury, °C	nie normalizuje się, wyniki podawać w atestach	
— 90% obj, przedestylowuje do temperatury, °C	nie normalizuje się, wyniki podawać w atestach	
— koniec destylacji, °C nie wyższy niż	288	
— pozostałość po destylacji, % obj, nie więcej niż	1,5	

Zgłoszona przez Instytut Technologii Nafty

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA dnia 16 października 1976 r jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1977 r
(Dz Norm i Miar nr 27/1976 poz 113)

cd tabl 1

Wymagania		Metody badań wg
1	2	3
— straty po destylacji, % obj, nie więcej niż	1,5	
g) Zawartość żywic obec- nych, mg/100 cm ³ , nie więcej niż	7	PN-76/C-04101
h) Temperatura zapłonu, °C, nie niższa niż	38	5 6
i) Temperatura krystaliz- acji, °C, nie wyższa niż	-50	PN-76/C-04026
j) Największa wysokość niekopcącego płomie- nia, mm, nie mniejsza niż	20	PN-62/C-04121
k) Ciężar właściwy względ- ny 15,6/15,6°C	0,775—0,830	5 7
l) Zawartość siarki mer- kaptanowej, %, nie więcej niż	0,001	PN-71/C-04053
lub próba Doktora	negatywna (wytrzymuje)	5 8
m) Ogólna zawartość siar- ki, %, nie więcej niż	0,2	5 9
n) Stabilność termiczna — spadek ciśnienia w ciągu 5 h, mm Hg, nie więcej niż	76,2	5 10
całe Hg, nie więcej niż	3	
— osady na rurze podgrzewacza wg skali barwnej, mniej niż	3	
o) Ogólna zawartość kwi- sów, mg KOH/g, nie więcej niż	0,012	5 11
p) Lepkość kinematyczna w temperaturze -34,4°C (-30°F), cSt, nie większa niż	15	PN-73/C-04011 PN-76/C-04057
r) Wpływ działania wody — ocena wyglądu po- wierzchni między- fazowej, w punktach, nie więcej niż	1b	
— ocena wyglądu stop- nia rozdziálu, w punktach, nie więcej niż	2	
s) Zmodyfikowany indeks wydzielania wody, nie mniej niż	85 ¹⁾	5 12

¹ W przypadku stosowania dodatków na stabilność elektryczną, rozdział wody według zmodyfikowanego indeksu wydzielania wody powinien wynosić nie mniej niż 70

4. PAKOWANIE

Paliwo lotnicze ATK należy dostarczać w cysternach lub będnach stalowych. Napis na będnach powinien zawierać co najmniej:

- nazwę Paliwo ATK,
- znak lub nazwę wytwórni,
- datę produkcji,
- masę brutto i tarę, w kg,

W przypadku dostarczania paliwa w cysternach dane te należy podawać w załączonych dokumentach

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek Probki należy pobierać według instrukcji odbioru, magazynowania, transportu i pełnienia paliw płynnych dla samolotów komunikacyjnych na lotniskach PRL z 1968 r., wydanej przez PETROI IMPEX

5.2 Oznaczanie ciepła spalania w bombie kalorymetrycznej (metoda zgodna z IP12/73)

5.2.1. Określenia

a) ciepło spalania — ilość ciepła, które wydzieli się przy całkowitym spalaniu jednostki masy paliwa w stałej objętości, w atmosferze sprężonego tlenu nasyconego parą wodną, przy założeniu, że temperatura paliwa przed spalaniem wynosi 25°C, produkty spalania dwutlenek węgla i dwutlenek siarki znajdują się w stanie gazowym, azot nie uległ utlenieniu a woda zawarta w paliwie przed spalaniem i utworzona przy spalaniu wskutek utleniania wodoru znajduje się w stanie ciekłym

b) pojemność cieplna kalorymetru (stała K) — ilość ciepła potrzebna do ogrzania w warunkach pomiaru całego układu kalorymetrycznego (łącznie z wodą) o 1°C

5.2.2 Jednostki Ciepło spalania wyraża się w kaloriach na gram (cal/g) lub Brytyjskich Jednostkach Ciepłych Btu

$$1 \text{ Btu/lb} = 2326 \text{ J/g}$$

$$1 \text{ cal/g} = 41868 \text{ J/g},$$

$$1 \text{ Btu} = 1055,06 \text{ J} = 251, 996 \text{ cal},$$

$$1 \text{ cal/g} = 1,8 \text{ Btu/lb}$$

5.2.3. Zasada metody polega na spalaniu badanego paliwa w bombie kalorymetrycznej wypełnionej sprężonym tlenem, znajdującej się w kalorymetrze wodnym i zmierzeniu wzrostu temperatury układu kalorymetrycznego

Ciepło spalania oblicza się z masy badanego paliwa, przyrostu temperatury układu kalorymetrycznego w czasie spalania i stałej K , z uwzględnieniem zjawisk termodynamicznych i przewodnictw cieplnych

5.2.4 Aparatura i przyrządy

a) Bomba kalorymetryczna pojemności $325 \pm 25 \text{ cm}^3$, średnicy wewnętrznej nie mniejszej niż 55 mm, wykonana ze stali kwasoodpornej, zaopatrzona w manometr. Masa bomby nie może przekraczać 3,25 kg

Bomba powinna być tak skonstruowana, aby zapewnić jej szczelność i łatwość opróżniania z cieczy. Wszystkie części kontaktujące się z gazami w bombie powinny być wykonane z tworzyw, które nie ulegają działaniu produktów spalania ani samemu procesowi spalania

Bomba powinna być wypróbowana na ciśnienie wody 300 at, które powinno utrzymywać się w bombie przez 10 min

Średnica bomby zmierzona po zmniejszeniu ciśnienia nie powinna przekroczyć 0,1% średnicy zmierzonej przed próbą ciśnienia

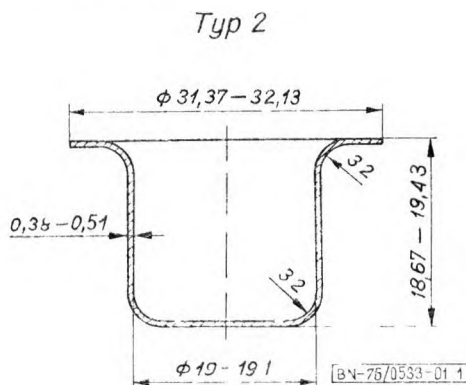
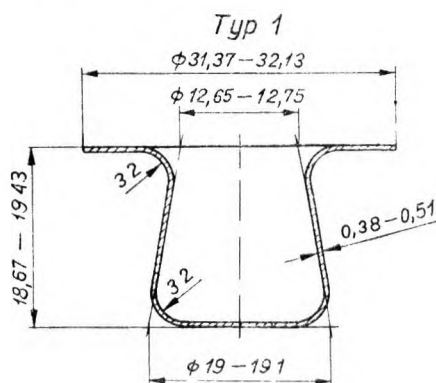
Elektrody należy wykonać z materiału odpornego na ogrzewanie i korozję, np. platyny lub jej stopu, odpowiednich stali lub stopu nikiel-chrom i tak je umieścić, aby po wstawieniu tygla z badaną próbką, odległość między dnem tygla a pokrywą bomby wynosiła co najmniej 90 mm. Zamknięcie bomby powinno być samouszczelniające

b) Naczynie kalorymetryczne metalowe, polerowane od strony zewnętrznej, wyższe od bomby co najmniej o 75 mm i takiej pojemności, aby 2 dm³ wody pokryły umieszczoną w naczyniu bombę

c) Mieszadło mechaniczne zapewniające stałą szybkość mieszania wody w naczyniu kalorymetrycznym. Szybkość mieszania powinna być taka, aby 10 minutowe mieszanie nie spowodowało wzrostu temperatury naczynia kalorymetrycznego o więcej niż 0,01°C. Część mieszadła zanurzona w wodzie powinna być odizolowana od silnika materiałem o małym przewodnictwie cieplnym

d) Płaszcz kalorymetru — naczynie metalowe o podwójnych ściankach, zawierające wodę i zaopatrzone w pokrywę. Odległość między ściankami powinna wynosić co najmniej 10 mm i przestrzeń powinna być wypełniona powietrzem. Płaszcz służy do zapobiegania wymianie ciepła z otoczeniem

e) Tygiel laboratoryjny z materiału żaroodpornego, o wymiarach wg rys. 1 i masie około 8,3 g



Rys. 1

f) Obwód zapalający — prąd elektryczny do zapalania produktu, zmienny lub stały. Napięcie do natychmiastowego stopienia drucika zapalającego powinno być jak najmniejsze (6–12 V). Dopuszcza się zainstalowanie amperomierza dla stwierdzenia czy i kiedy drucik uległ stopieniu. Wyłącznik kontrolujący przepływ prądu powinien być stale otwarty. W przypadku zamknięcia — czas ten nie powinien być dłuższy niż 2 s. Jeżeli prąd pobiera się z sieci prądu zmiennego, należy wówczas stosować transformator o podwójnych zwojach, mający uziemione międzyzwojowe ekranowanie. Zabrania się pobierać prąd wprost z sieci

g) Termometr do kalorymetru, o zakresie 6°C, o działce elementarnej co 0,01°C lub termometr platynowy oporowy do pomiaru wzrostu temperatury wody w naczyniu kalorymetrycznym. Używany termometr powinien być atesto-

wany przez Brytyjskie Państwowe Laboratorium Fizyczne i sprawdzona jego dokładność do 0,002°C

Przy stosowaniu należy uwzględniać poprawki podane w świadectwie termometru

h) Butla ze sprężonym powietrzem, wytrzymała na ciśnienie co najmniej dwa razy większe niż ciśnienie stosowane w bombie zaopatrzonej w manometr

i) Manometr umożliwiający odczytanie ciśnienia z dokładnością 1 at, zaopatrzony w dwa zawory redukcyjne lub zawory bezpieczeństwa, powinien być często sprawdzany na dokładność. Nie należy stosować oleju mineralnego jako medium do sprawdzania manometrów

j) Drucik zapłonowy z platyny, średnicy około 0,08 mm lub drucik niklowo-chromowy średnicy około 0,19 mm

k) Bawełna zapłonowa (pasma z knota stosowane do oznaczania siarki metodą lampkową), wysuszona w temperaturze 100–105°C i przechowywana nad zelem krzemionkowym. Ciepło spalania bawełny zapłonowej jest równe ciepłu spalania celulozy, tj. 4190 kcal/g

l) Lupa do odczytywania wskazań termometru. Szkło powiększające z regulacją zesrodkowania

5.2.5 Odczynniki i roztwory

a) Tlen pod ciśnieniem, nie zawierający palnych domieszek

b) Wzorzec termochemiczny — kwas benzoesowy wzorcowy do pomiarów kalorymetrycznych w formie pastylek, o znanym ciepłe spalania

c) Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 0,1 N

d) Lekki olej mineralny — destylat o lepkości i temperaturze wrzenia między frakcją nafty, a frakcją lekkiego oleju smarowego, o zawartości siarki poniżej 0,1% lub ciekła parafina (*Paraffinum Liquidum*), lub 95-procentowa frakcja oleju napędowego nie zawierającego siarki. Ciepło spalania stosowanego oleju powinno być znane i oznaczone wg niniejszej metody

e) Purpura metylowa — wskaźnik, roztwór 0,1%

5.2.6 Przygotowanie do oznaczania. Pomieszczenie do wykonywania pomiarów powinno mieć temperaturę możliwie stałą, okna wychodzące na północ lub zaopatrzone w zasłony w celu uniknięcia lokalnego nagrzewania promieniami słonecznymi. W pomieszczeniu nie powinno

być przewiewowi ani urządzeń silnie promieniujących ciepło. W czasie pomiaru drzwi i okna powinny być zamknięte.

Cisnienie tlenu po napełnieniu bomby nie może przekraczać 40 at. Zaleca się, aby butla z tlenem i punkt zapalania znajdowały się na zewnątrz pomieszczenia, w którym przeprowadza się pomiar, a zapalenie powinno być kontrolowane zawsze z daleka.

Wykonawca nie powinien zbliżyć się do bomby wcześniej niż po upływie co najmniej 20 s od momentu zapłonu.

Wielkość odważki próbki badanego paliwa wraz z innymi materiałami, jak tasma celulozowa należy obliczyć przed oznaczaniem. Ilość wydzielonego przy spalaniu ciepła nie może przekroczyć 25 kalorii na 1 cm³ pojemności bomby.

Wielkość próbki badanego paliwa w zależności od pojemności bomby podano w tabl. 2.

Tablica 2

Pojemność bomby cm ³	Dopuszczalna odważka paliwa g
300	0,685
350	0,800

Dla bomb o pojemności pośredniej między wartościami podanymi w tabl. 2 dopuszczalną ilość odważki można obliczyć przez interpolację.

5.2.7 Oznaczanie pojemności cieplnej kalorymetru (stała K). Do tygla platynowego zwalonego z dokładnością do 0,0001 g wprowadzić kwas benzoesowy wzorcowy w ilości (m) obliczonej wg wzoru

$$m = \frac{22,5 V}{6318} \quad (1)$$

w którym V — pojemność bomby, cm³

Zważyć tygiel i jego zawartość z dokładnością do 0,0001 g.

Do bomby wprowadzić pipetą 1 cm³ wody destylowanej w celu nasycenia parą wodną tlenu używanego do spalania. Tygiel umieścić w pierścieniu przymocowanym do końcówek elektrycznych bomby. Końcówki elektryczne połączyć drucikiem zapłonowym lekko go napinając. Następnie w stopionym kwasie benzoesowym zanurzyć jeden koniec zwalonego paska suchej bawełny zapłonowej, a drugi koniec przywiązać w środku drucika zapłonowego. Zamknąć szczelnie bombę. Tlen wprowadzać do osiągnięcia ciśnienia bomby 30 ± 1 at.

Oznaczyć pojemność cieplną kalorymetru, wykonując co najmniej pięć spalan kwasu benzoesowego w tych samych warunkach taką samą ilość znormalizowanej wody (za znormalizowaną ilość wody przyjmuje się taką ilość, przy której pokrywa bomby jest zanurzona w wodzie bez końcówek i pojemność cieplna urządzenia wynosi w przybliżeniu 2500 cal/°C), bawełny i tę samą ilość tlenu.

W wypadkach koniecznych należy wykonać wstępne spalanie kwasu benzoesowego dla ustalenia właściwej

ilości wody. Gdy ta ilość zostanie raz ustalona, należy uważać ją za znormalizowaną i stosować ją przy wszystkich oznaczeniach, odważając z dokładnością do 0,5 g.

Oznaczanie pojemności cieplnej kalorymetru należy wykonać wg 5.2.8.

Pojemność cieplną kalorymetru obliczyć wg 5.2.9, z poprawką D_T w cal/°C, w celu przeliczenia pojemności cieplnej kalorymetru w średniej temperaturze (T) na temperaturę 25°C wg wzoru

$$D_T = Am_w - B \left(m_s + \frac{m_B}{4} \right) \quad (2)$$

w którym

m_w — masa wody w układzie kalorymetru, kg,

m_s — masa stali nierdzewnej w układzie kalorymetru, kg,

m_B — masa brązu i miedzi w układzie kalorymetru, kg,

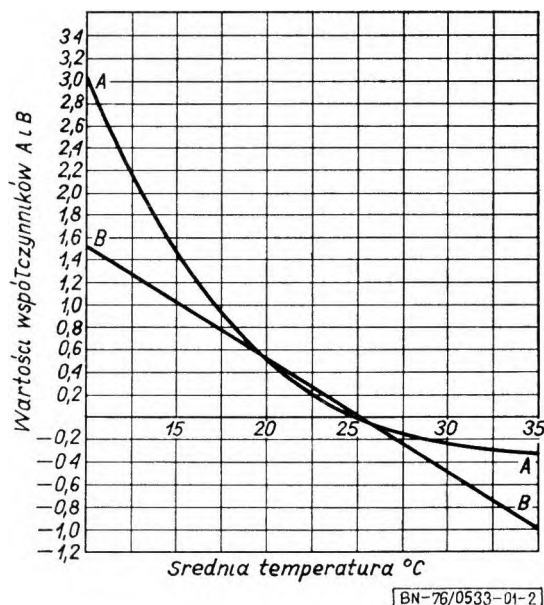
Współczynniki (A i B) odczytać z wykresu (rys. 2) dla średniej temperatury (t) w °C, obliczonej wg wzoru

$$t = \frac{t_p + t_k}{2} \quad (3)$$

w którym

t_p — temperatura w chwili zapłonu, °C,

t_k — końcowa najwyższa temperatura, °C.



Rys. 2

5.2.8. Wykonanie oznaczania. Napełnić bombę w następujący sposób: na dno wlać, odmierzając pipetą, 1 cm³ wody destylowanej w celu nasycenia wilgocią tlenu.

Do zwalonego uprzednio z dokładnością do 0,0001 g tygla wprowadzić badane paliwo w ilości podanej w 5.2.6. Odważkę tę należy uregulować tak, aby ciepło jej spalania leżało w granicach 5720–7040 cal/g. Przybliżoną masę (m) badanego paliwa obliczyć wg wzoru

$$m = \frac{6318}{Q_w} \quad (4)$$

w którym Q_w — przybliżona wartość opałowa, cal/g

Całość zważyć z dokładnością do 0,0001 g, tygiel umieścić w pierścieniu bomby. Między dwoma końcówkami elektrycznymi zawiesić drucik platynowy. Przez środkową część drutu przewinąć odwieszony kawałek bawełny zapłonowej tak, aby jeden koniec był zanurzony w zawartości tygla.

Nałożyć ostrożnie pokrywę z zawieszonym tygłem i zamknąć szczelnie bombę.

W kalorymetrze odważyć wodę z dokładnością do $\pm 0,5$ g w takiej ilości, aby pojemność cieplna kalorymetru wyniosła około 2500 cal/°C, aby pokrywa bomby była całkowicie zanurzona w wodzie, gdy wstawi się ją do naczynia kalorymetrycznego. Jeżeli na pokrywie znajdują się końcówki elektryczne, nie mogą one być pod wodą.

Następnie naczynie kalorymetryczne wstawić do płaszcza zawierającego wodę o temperaturze różniącej się o temperaturę otoczenia o 3°C i utrzymywać tę temperaturę przez cały czas trwania oznaczania. Przed pomiarem wyregulować temperaturę wody tak, aby była niższa od temperatury płaszcza. Po spaleniu temperatura bomby nie powinna być wyższa od temperatury płaszcza więcej niż o 0,5–1°C.

Jeżeli zachowa się te warunki, wtedy poprawki na ciepło pochłonięte lub stracone z otoczenia będą małe.

Początkowa temperatura bomby i naczynia kalorymetrycznego powinna być wyższa od punktu rosy lub zakresu 23,5 $\pm$ 8,5°C lub $\pm$ 2,5°C poniżej temperatury wody w płaszczu.

Napełnienie tlenem powinno odbywać się powoli i równomiernie w ciągu 60–70 s tak, aby badane paliwo nie zostało wydmuchane z tygla.

Tlen wprowadzać do osiągnięcia ciśnienia w bombie 30 $\pm$ 1 at.

Bombę, bezpośrednio po napełnieniu tlenem, zanurzyć w kalorymetrze i obserwować przez chwilę, czy nie uchodzą z niej pęcherzyki gazu. Wydzielanie się gazu wskazuje, że pokrywa bomby była słabo przykręcona lub uszczelka w zaworze uszkodzona.

W tych warunkach pomiaru nie należy prowadzić dalej, lecz powtórzyć biorąc świeżą próbkę badanego paliwa.

Również należy sprawdzić, czy końcówki zapłonowe są wyłączone i połączyć aparat ze źródłem prądu.

Jeżeli nie zauważono wydzielania się gazu, włożyć do kalorymetru mieszkadło i termometr tak, aby nie dotykały ani bomby, ani naczynia kalorymetrycznego i załączyć do elektrod bomby przewody obwodu zapalającego. Zamknąć kalorymetr i płaszcza pokrywą i uruchomić mieszkadło i sekundomierz. Co najmniej w 5 min po uruchomieniu mieszkadła notować odczyty temperatury w odstępach 1-minutowych z dokładnością do 0,001°C przez 5 min i z tych zapisów temperaturę po szostej minucie, tj. w chwili zapłonu obliczyć przez ekstrapolację.

Szybkość wzrostu temperatury w 5-minutowym okresie przed zapłonem powinna być stała, tzn. wzrost temperatury nie może przekroczyć 0,001°C/min.

W celu pokonania sił włoskowatości przeszkadzających równomiernemu przesuwaniu się menisku rtęci, należy na kilka sekund przed każdym odczytaniem temperatury

z lekka uderzać w termometr na całej jego długości ołówkiem lub pręcikiem szklanym z nałożonym kawałkiem rurki gumowej.

Dla wygody można do górnego końca termometru zamontować przerywacz elektryczny połączony z baterią i guzikiem przyciskowym.

Przed każdym odczytem przycisnąć guzik na kilka sekund.

Po 6 min zapalić badane paliwo przy zamkniętym obwodzie zapłonowym na nie dłużej niż 2 s.

Nie podchodzić wówczas w pobliże bomby co najmniej przez 20 s po włączeniu prądu.

Notować temperaturę po 45, 60, 75, 90 i 105 s od czasu zapłonu. Przez interpolację obliczyć czas, w którym wzrost temperatury osiągnął 60% wartości końcowej.

Jeżeli jest znane ciepło spalania badanego paliwa z dokładnością do 350 cal/g spodziewany wzrost temperatury (Δt_s) można obliczyć wg wzoru

$$\Delta t_s = \frac{m Q_c}{K} \quad (5)$$

z którym

m — odważka badanego paliwa, g,

Q_c — przybliżone ciepło spalania, cal/g,

K — pojemność cieplna kalorymetru, cal/°C.

Temperaturę (T_1) w punkcie 60% wzrostu temperatury w °C obliczyć wg wzoru

$$T_1 = T_2 + \Delta t_s \quad (6)$$

w którym T_2 — temperatura odczytana w chwili zapalenia próbki badanego paliwa, °C.

Uruchomić drugi sekundomierz w chwili pierwszego odczytu temperatury przed zapłonem i zatrzymać go w chwili osiągnięcia obliczonego 60-procentowego wzrostu temperatury, przy czym zanotować ten czas.

Od momentu gdy nastąpi szybki wzrost temperatury (około 4–5 min od chwili zapłonu) należy notować temperaturę w odstępach co 1 min, aż do uzyskania stałej różnicy między następującymi po sobie odczytami przez 5 min. Temperaturę odczytywać z możliwie największą dokładnością, gdyż odczytanie z dokładnością do 0,001°C w okresie szybkiego wzrostu temperatury nie jest możliwe. W tej serii odczytów zanotować czas na początku tego okresu, w którym szybkość zmian temperatury z czasem jest stała.

Określić również szybkość zmiany temperatury z czasem. Wzrost temperatury powinien wynosić 3 $\pm$ 0,5°C, a końcowa temperatura nie powinna być wyższa niż 0,5°C od temperatury wody w płaszczu.

Temperaturę odczytywać nadal co 1 min, aż do osiągnięcia końcowej temperatury, tj. temperatury, która nie zmienia się w czasie trwania kolejnych odczytów. W przypadku gdy nie osiągnie się stałej temperatury w ciągu 15 min od chwili zapłonu, należy sprawdzić aparaturę. Po 15 min od chwili włączenia zapłonu wyjąć mieszkadło i termometr, zdjąć pokrywę kalorymetru, wyłączyć przewody elektryczne, wyjąć bombę i osuszyć ją starannie z zewnątrz czystą szmatką.

Następnie otworzyć ostrożnie zawór wylotowy i powoli w ciągu kilku minut wypuszczać spaliny i nadmiar tlenu, po czym odkręcić pokrywę bomby

Jezeli po otwarciu bomby stwierdzono obecność substancji niespalonej, np. nałot sadzy, pomiar unieważnić i powtórzyć, stosując to samo ciśnienie tlenu, co przy poprzednim spalaniu

Wnętrze bomby, pokrywę, elektrody i tygiel przemyc kilkakrotnie z tryskawki strumieniem gorącej wody destylowanej i zebrać wodę z przemycia w czystej zlewce. Ogólna ilość roztworu nie powinna wynosić więcej niż 350 cm³. Bombę i jej pokrywę wytrzeć do sucha czystą szmatką. Przy końcu dnia roboczego przemyc zawory gorącą wodą destylowaną i przedmuchać gorącym powietrzem. Podgrzać nieco roztwory z przemycia i miareczkować wodorotlenkiem sodowym wobec kilku kropli wskaźnika purpury metylowej dla oznaczenia kwasu siarkowego i azotowego powstałych w czasie spalania. Roztwory z przemycia przesączyć przez średni sączek, np. Wathmann 40 i oznaczyć siarkę wg 59

Dodatkowa poprawka na zawartość siarki jest konieczna, ponieważ utworzony w czasie spalania kwas siarkowy byłby liczony jako kwas azotowy

5.2.9. Obliczanie i podawanie wyników Do odczytanych temperatur wprowadzić poprawki według świadectw termometru

Obliczyć właściwy przyrost temperatury (Δt) w naczyniu kalorymetrycznym, w °C, wg wzoru

$$\Delta t = t_c - t_a - r_1(b-a) - r_2(c-b) \quad (7)$$

w którym

- a — czas włączenia zapłonu, min,
 - b — czas 60-procentowego wzrostu temperatury, min,
 - c — czas na początku okresu, w którym szybkość zmiany temperatury z czasem jest stała (po spalaniu), min,
 - t_a — temperatura w chwili zapłonu, °C,
 - t_c — temperatura na początku okresu, w którym szybkość zmian temperatury z czasem jest stała (po spalaniu), °C,
 - r_1 — początkowa szybkość wzrostu temperatury w okresie 6-minutowym przed zapłonem, °C/min
 - r_2 — końcowa szybkość wzrostu temperatury obliczona w okresie 5-minutowym po okresie c , °C/min
- Jezeli nastąpi spadek temperatury, r_2 ma znak ujemny, a wyrażenie $-r_2(c-b)$ jest wówczas dodatnie

Pojemność cieplną kalorymetru w temperaturze 25°C (K_{25}) w cal/°C obliczyć wg wzoru

$$K_{25} = \frac{[Q_1 + 0,3(25 - t_k)]m_w + 1,45 + 4190m_b + m_d Q_3}{\Delta t} - D_T \quad (8)$$

w którym

- Q_1 — ciepło spalania kwasu benzoesowego, cal/g, $[Q_1 + 0,3(25 - t_k)]$ ustala stosunek ciepła spalania kwasu benzoesowego w temperaturze 25°C do temperatury kalorymetru,

t_k — najwyższa końcowa temperatura, °C,

m_w — odważka wzorca termochemicznego, g,

m_b — masa bawełny zapłonowej, g,

m_d — masa drucika zapłonowego, g,

Q_3 — ciepło spalania drucika zapłonowego, cal/g (ciepło spalania drucika niklowo-chromowego 335 cal/g, a drucika platynowego 100 cal/g),

D_T — poprawka obliczona wg 5.2.7 (wzór 2), cal/°C (podawac w liczbach całkowitych),

t — przyrost temperatury z poprawką, °C,

1,45 — ciepło syntezy 1 cm³ 0,1 N kwasów, cal/g,

4190 — ciepło spalania bawełny, cal/g (4190 cal/g),

Ciepło spalania (Q) obliczyć w cal/g wg wzoru

$$Q = \frac{\Delta t(K_{25} + D_T) - e_1 - e_2 - e_3 - e_4}{m_p} \quad (9)$$

w którym

Δt — przyrost temperatury z poprawką, °C,

K_{25} — pojemność cieplna kalorymetru obliczona wg wzoru (8), cal/°C,

D_T — poprawka obliczona wg 5.2.7 (wzór 2), cal/°C (podawac w liczbach całkowitych),

e_1 — poprawka dla powstałych kwasów, cal (1 cm³ 0,1 N HaOH = 1,45 cal) wg wzoru (8)

e_2 — poprawka na bawełnę zapłonową wg wzoru (8), cal,

e_3 — poprawka na drucik zapłonowy wg wzoru (8), cal,

e_4 — dodatkowa poprawka na zawartość siarki w badanym paliwie, cal, obliczona wg wzoru

$$e_4 = 14 m_s m_p \quad (10)$$

w którym

m_s — zawartość siarki w próbce badanego paliwa, %,

m_p — odważka badanego paliwa, g

Ciepło spalania (Q_B) badanego paliwa w Btu/lb obliczyć wg wzoru

$$Q_B = 1,8Q \quad (11)$$

w którym Q — ciepło spalania badanego paliwa, cal/g

5.2.10 Wynik Wyniki podawac z dokładnością do 5 cal/g lub 10 Btu/lb. Wartość opałową (Q_{wp}) w Btu/lb obliczyć wg wzoru

$$Q_{wp} = 4310 + 0,7195 Q_B \quad (12)$$

w którym Q_B — ciepło spalania badanego paliwa w Btu/lb (wzór 11)

5.3 Oznaczanie iloczynu ciężaru właściwego (względego) i punktu anilinowego

5.3.1. Oznaczanie ciężaru właściwego (względnego) wykonać wg 5.7 Ciężar właściwy (względny d) obliczyć w °API wg wzoru

$$d = \frac{141,5}{d_{15,6/15,6}} - 131,5 \quad (13)$$

w którym $d_{15,6/15,6}$ — ciężar właściwy w temperaturze 15,6/15,6°C

5.3.2. Oznaczanie punktu anilinowego (metoda zgodna z IP 2/61)

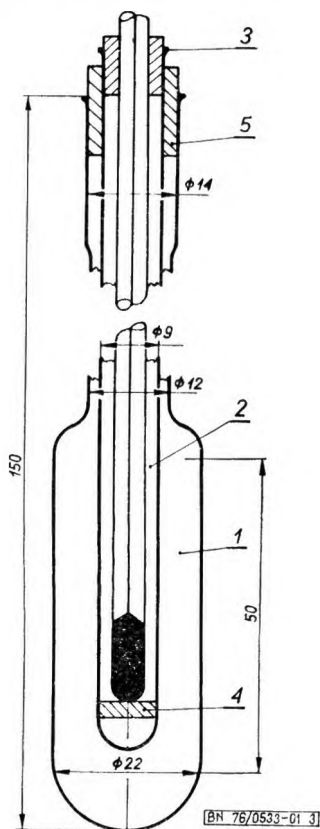
5.3.2.1. Określenia Punkt anilinowy — najniższa temperatura, przy której badany produkt rozpuszcza się całkowicie w równej objętości aniliny

5.3.2.2. Zasada metody polega na ogrzewaniu lub ochładzaniu kolby zawierającej badane paliwo, zmieszane z równą objętością aniliny, przy ciągłym mieszaniu, oraz odczytaniu temperatury, przy której badane paliwo rozpuszcza się całkowicie w anilinie

5.3.2.3. Aparatura i przyrządy

a) Probówka ze szkła trudno topliwego *1* (rys. 3), wewnątrz której znajduje się cienkościenna probówka szklana *2*. Probówka *2* zaopatrzona jest w szczelnie dopasowy korek gumowy *3* z otworem na termometr

Termometr umieszczony jest tak, że jego część zbiornikowa spoczywa na pierścieniu lub krążku korkowym *4* umieszczonym w pobliżu dna probówki. Probówka *2* osadzona jest szczelnie w korku gumowym *5* probówki *1* napełnionej rtęcią lub olejem transformatorowym do wysokości zakrywającej zbiorniczek termometru



Rys. 3

b) Osłona z grubej siatki miedzianej osłaniająca probówkę *1*

Zaleca się, aby osłona była połączona z zaciskiem przytrzymującym probówkę *2*

c) Termometr, o zakresie mierniczym od -38 do 42°C , z działką elementarną co $0,2^{\circ}\text{C}$, długości 410 mm i średnicy 5,5–8,0 mm

d) Termometr rtęciowy, o zakresie mierniczym od 25 do 105°C , z działką elementarną i wymiarach jak w poz. c),

e) 2 pipety pojemności 5 cm^3 , z których jedna, przeznaczona do pobierania aniliny, zaopatrzona jest w gumową gruszkę

f) Łaznia wodna (ogrzewająca)

g) Łaznia z mieszaniną oziębiającą — lód i woda lub stały dwutlenek węgla i aceton

5.3.2.4. Odczynniki. Anilina przygotowana w następujący sposób: anilinę odwodnic stałym wodorotlenkiem potasu, przesączyć i redestylować, przy czym przy redestylacji pierwsze i ostatnie 10% odrzucić

Wyciętą frakcję odwodnic powtórnie stałym wodorotlenkiem potasu w czasie nie dłuższym niż 24 h i przechowywać w czarnej lub brunatnej butelce

Anilina, która z czystym *n*-heptanem wykaze punkt anilinowy $69,3 \pm 0,2^{\circ}\text{C}$, może być stosowana do oznaczenia bez przygotowania

Ze względu na toksyczność aniliny nie należy wciągać jej ustami do pipety. Ponieważ anilina nawet w małych ilościach działa toksycznie również przez skórę, przy stosowaniu jej należy zachować daleko idącą ostrożność

5.3.2.5. Przygotowanie próbek badanego paliwa.

Odwodnić badane paliwo przez wstrząsanie co najmniej w ciągu 2 min z bezwodnym siarczanem sodu (1 część siarczanu sodu oraz 3 części badanego paliwa), następnie pozostawić w spokoju na 1 h, po czym badane paliwo zdekantować lub przesączyć przez sącze ze szkła spiekane go średniej porowatości

5.3.2.6. Wykonanie oznaczania. Wszystkie przyrządy przed oznaczaniem dokładnie oczyścić i osuszyć w suszarce w temperaturze $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$. Przy wykonywaniu oznaczania zaleca się stosować ochronne okulary z nietłukącego szkła

Do probówki *2* wlać pipetą 5 cm^3 badanego paliwa przygotowanego wg 5.3.2.5 oraz 5 cm^3 aniliny przygotowanej wg 5.3.2.4. Zamknąć probówkę *2* korkiem gumowym *3* i umieścić ją centrycznie w probówce *1* tak, aby dno probówki *2* było oddalone od dna probówki *1* o 5 mm

Zacisnąć korek gumowy *5* i przymocować osłonę. Jeżeli w temperaturze $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ nie można uzyskać jednorodnej mieszaniny, należy umieścić probówkę w łaźni i ogrzewać przy ciągłym wstrząsaniu, aż do zniknięcia zmętnienia cieczy. Następnie wyjąć probówkę z łaźni i ochłodzić z prędkością nie przekraczającą $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, ciągle mieszając przez wstrząsanie. Temperaturę, przy której roztwór stanie się tak mętny, że w odbitym świetle nie będzie widoczny zbiorniczek termometru, przyjąć jako przybliżony punkt anilinowy

Jeżeli przy mieszaniu badanego paliwa z aniliną otrzyma się w temperaturze $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ mieszaninę jednorodną, ochłodzić ją w łaźni oziębiającej przy ciągłym wstrząsaniu, aż do otrzymania zmętnienia

Wyjąć probówkę z łaźni oziębiającej i pozwolić mieszaninie ogrzewać się z szybkością $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ przy ciągłym wstrząsaniu

Temperaturę, przy której w świetle odbitym zbiorniczek termometru stanie się widoczny, przyjmując jako przybliżony punkt anilinowy

Oznaczanie powtarzać kilkakrotnie (używając świeżych ilości aniliny i badanego paliwa), ogrzewając i ochładzając aż do uzyskania stałego wyniku. Należy uważać, aby nie przegrzać lub nie przechłodzić roztworu. Ustaloną temperaturę przyjmując jako punkt anilinowy

Jeżeli prędkość ogrzewania lub ochładzania jest większa niż $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, przy zbliżaniu się do punktu anilinowego, umieścić probówkę w płaszczu, który uprzednio ogrzać lub ochłodzić do właściwej temperatury

5.3.2.7. Wynik Za wynik przyjmując średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników oznaczanych nie różniących się między sobą, w przypadku wykonywania przez to samo laboratorium więcej niż o $0,2^{\circ}\text{C}$ ($0,4^{\circ}\text{F}$), w przypadku zaś wykonywania przez dwa różne laboratoria więcej niż o $0,5^{\circ}\text{C}$ (1°F). Wynik podawać w $^{\circ}\text{F}$

5.3.3. Iloczyn ciężaru właściwego (względego) i punktu anilinowego (X) obliczyć wg wzoru

$$X = A \cdot d \quad (14)$$

w którym

A — punkt anilinowy, $^{\circ}\text{F}$,

d — ciężar właściwy, $^{\circ}\text{API}$

5.4 Badanie działania korodującego na płytce miedzianej (metoda zgodna z IP 154/69)

5.4.1. Zasada metody polega na zanurzeniu wypolerowanej płytki miedzianej w badanym paliwie, w określonych warunkach czasu i temperatury, a następnie po przemyciu, na ocenie zmian powstałych na powierzchni płytki przez porównanie ich ze wzorcem zgodnie z klasyfikacją ASTM

5.4.2 Przyrządy i materiały

a) Bomba niskociśnieniowa ze stali nierdzewnej (rys 4) dla ciśnienia do $7 \text{ kg}/\text{cm}^2$ (100 lb per sq in) zamykana nagwintowaną pokrywą karbowaną 1 mającą uszko 2 do podnoszenia pokrywki. Do uszczelnienia bomby stosuje się pierścień 3 z neoprenu nie zawierającego siarki

Dopuszcza się inne konstrukcje bomby oraz uszczelki z syntetycznej gumy pod warunkiem, aby wewnętrzne wymiary bomby były zgodne z rys 4

b) Probówki szklane o średnicy 25 mm i wysokości 150 mm

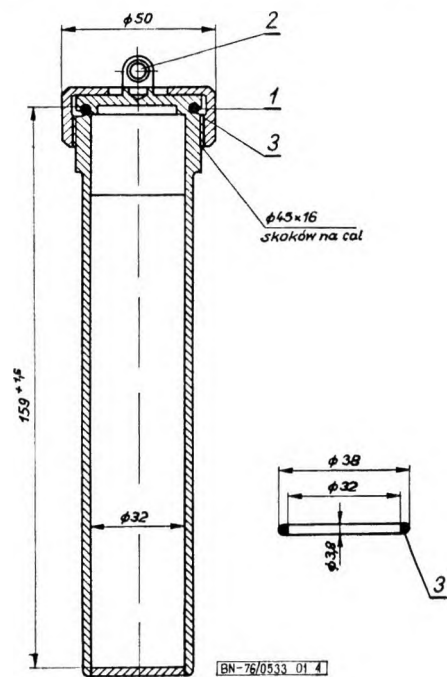
c) Termostat wodny o wymiarach zapewniających całkowite zanurzenie bomby w wodzie, utrzymujący temperaturę wody $100 \pm 1^{\circ}\text{C}$

d) Statyw z uchwytem dla umocowania próbówki w pozycji pionowej, do zanurzenia w łaźni na 100 mm

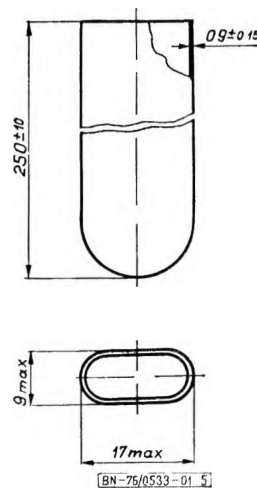
e) Uchwyty dowolnego typu ze stali nierdzewnej do osadzenia płytek w czasie ich szlifowania. W przypadku zastosowania uchwyty z innego materiału należy zastoso-

wać wkładki ze stali nierdzewnej w miejscach stykających się z badanymi płytkami

f) Probówka płaska do oglądania płytek (rys 5)



Rys 4



Rys 5

g) Termometr o zakresie pomiarowym od -20 do 102°C o działce elementarnej co 1°C lub mniejszej. Termometr powinien być tak umieszczony w łaźni, aby wysokość słupa rtęci nad łaźnią wynosiła nie więcej niż 25 mm

h) Płytki z miedzi wg PN-74/H-82120 znak CU 99, 95 B cechy MOB o wymiarach $75 \times 12,5 \times 1,5-3 \text{ mm}$

Płytki można używać kilkakrotnie pod warunkiem, że ich powierzchnie nie ulegną zniekształceniu i płytki nie mają wzorów ani głębokich zadrapan, których nie da się usunąć

i) Pinceta z nierdzewnej stali

j) Wata apteczna

k) Papier ścierny o nasypie korundowym lub karborundowym o różnych ziarnistościach, włączając papier lub płótno karborundowe o ziarnistości 220 wg PN-76/M-59107

l) Proszek ścierny karborundowy o ziarnistości 120 lub 150 wg PN-76/M-59107

l) 2 komplety wzorców korozyjnych wg ASTM, wykonanych litograficznie na blaszce aluminiowej, przechowywane w folii z tworzyw

Wzorce chronić przed działaniem światła. Jeden komplet przechowywać stale w ciemnym miejscu w celu sprawdzenia stopnia zużycia stosowanego do oznaczania kompletu wzorcowego

m) Izooktan wg PN-75/C-04033

5.4.3 Przygotowanie do badania

a) Przygotowanie próbek badanego paliwa. Badane paliwo pobrać do czystej ciemnej butelki szklanej lub z tworzywa sztucznego. Próbkę badanego paliwa chronić przed działaniem bezpośredniego, a nawet rozproszonego światła. Badanie wykonywać natychmiast po pobraniu próbki badanego paliwa.

W wypadku gdy zauważy się zawiesinę wodną, należy badane paliwo osuszyć przez sączenie przez średni sączonek (np. Whatmann 4) do czystej suchej probówki wg 5.4.2b). Czynności te wykonać w zaciemnionym pomieszczeniu.

b) Sprawdzenie wzorców barwnych. Płytki sprawdzić jednym z dwóch niżej podanych sposobów

— przez porównanie dwóch takich samych płytek wzorcowych, z których jedna nowa przechowywana jest w ciemności,

— przez porównanie, co jakiś czas, części płytki wzorcowej zakrytej nieprzezroczystą płytką grubości 20 mm z częścią niezasklonowaną płytki wzorcowej. Płytki obserwować w dziennym świetle najpierw prostopadle, a potem pod kątem 45° .

W przypadku, gdy stwierdzi się zmianę barwy płytki w stosunku do płytki przechowywanej w ciemności lub w stosunku do części płytki niezasklonowanej, należy taką płytkę odrzucić.

Płytkę wzorcową należy wymienić również wtedy, gdy folia z tworzywa sztucznego wykazuje uszkodzenia.

c) Przygotowanie płytek. Wszelkie zabiegi dotyczące płytek przeprowadzać nie dotykając płytek gołymi rękami. Zaleca się stosować pincetę ze stali nierdzewnej i bibułę do sączenia bezpopiołową.

Płytki miedziane czyścić mechanicznie za pomocą maszyn szlifierskich zaopatrzonych w papier ścierny o właściwym nasypie lub ręcznie.

Przy ręcznym oczyszczaniu płytek postępować w następujący sposób: arkusz papieru ściernego rozłożyć na płaskiej powierzchni, zwilżając go naftą lub izooktanem i pocierać płytkę o papier ruchem kołowym, trzymając płytkę przez bezpopiołową bibułę do sączenia. Płytki czyścić najpierw papierem ściernym z węglikiem krzemu lub tlenkiem glinu o ziarnistości zapewniającej całkowite usunięcie wżerów i zadrapan na płytkach, następnie papierem ściernym o nasypie karborundowym o ziarnistości 220 wg PN-76/M-59107, lub innym równoważnym, do całkowitego usunięcia śladów pozostawionych przez poprzednio używany papier ścierny, po czym zanurzyć je w izooktanie.

Po zanurzeniu płytki wyjąć i czyścić najpierw ściany boczne, a potem główne powierzchnie płytek proszkiem karborundowym o ziarnistości 120 lub 150 wg PN-76/M-59107. Płytki wycierać z proszku karborundowego świeżymi tamponami z waty. Tak wyczyszczone płytki dotykać tylko za pomocą pincety z nierdzewnej stali.

Następnie założyć płytki w uchwyt i polerować dalej główne powierzchnie proszkiem karborundowym. Pocierać płytki wzdłuż dłuższej osi płytki. Następnie usunąć pył metaliczny wycierając płytki tamponami z waty tak długo, aż świeżo zastosowany tampon będzie zupełnie czysty.

Płytki zanurzyć po zakończeniu polerowania natychmiast w badanym paliwie. Płytki po wypolerowaniu powinny mieć wygląd identyczny z świeżo wypolerowaną wzorcową płytką wg ASTM.

5.4.4. Wykonanie badania. Badane paliwo przygotowane wg 5.4.3, w ilości 30 cm^3 , wlać do czystej i suchej probówki, następnie za pomocą pincety włożyć płytkę przygotowaną wg 5.4.3c) do probówki po upływie 1 min po zakończeniu szlifowania.

Probówkę z płytką delikatnie wsunąć do bomby i zakręcić szczelnie pokrywę. Bombę zanurzyć całkowicie w termostacie wodnym o temperaturze $100 \pm 1^\circ\text{C}$ na $2\text{ h} \pm 5\text{ min}$. Po tym czasie bombę wstawić do zimnej wody na 5 min. Następnie otworzyć bombę, wyciągnąć probówkę, której zawartość przenieść do zlewki pojemności 150 cm^3 , z której z kolei wyjąć pincetą płytkę i zanurzyć ją w izooktanie, po czym natychmiast ją wyjąć. Płytkę osuszyć całkowicie bibułą do sączenia bezpopiołową i obejrzeć ją dokładnie w świetle pod kątem około 45° .

W celu uniknięcia powstania znaków lub plam przy oglądaniu płytki, zaleca się umieścić ją w spłaszczonej probówce zamkniętej tamponem z waty wg rys. 5.

5.4.5. Ocena badania. Płytkę porównać z kompletem wzorców korozyjnych płytek wg ASTM i za wynik oznaczania podawać numer klasyfikacyjny wg tabl. 3, odpowiadający zaobserwowanej zmianie barwy na płytce miedzianej.

Tablica 3

Numer klasyfikacyjny	Zmiana na płytkach	Opis ¹⁾
Świeżo polerowana płytka	—	²⁾
1	nieznaczne pociemnienie	— barwa jasnopomarańczowa, prawie taka sama jak świeżo wypolerowanej płytki — barwa ciemnopomarańczowa
2	średnie pociemnienie	— barwa jasnoczerwona — barwa fioletowa — różnobarwna z niebieskimi odcieniami (lub) ze srebrnym nalotem na barwie jasnoczerwonej — barwa srebrzysta — barwa mosiądzu lub złota

cd tabl 3

Numer klasyfikacyjny	Zmiana na płytkach	Opis ¹⁾
3	silne pociemnienie i utrata połysku	— nalot ciemnokarmazynowy na kolorze mosiądzu — różnobarwne naloty z plamami czerwonym i zielonym (paw), ale nie szary
4	korozja	— barwa jasnoczararna — barwa ciemnoszara lub brązowa z nieznacznymi śladami pawiego — barwa grafitowa lub matowoczarna — barwa błyszcząca lub kruczoczarna

¹⁾ Wzorce korozji wg ASTM są to płytki odpowiadające charakterystyce korozyjnej według opisów
²⁾ Świeżo wyszlifowane płytki wchodzi także w skład wzorców jako wskazówka jak ma wyglądać należyte wyszlifowana płytka przed oznaczaniem

Należy mieć na uwadze, że zawsze płytka po badaniu nawet w przypadku gdy badane paliwo nie wykazuje żadnego działania korodującego, zmienia swój wygląd w porównaniu z płytką przed badaniem

W wypadku niemożności jednoznacznego określenia numeru klasyfikacyjnego (zmiana na płytkach wypada pośrednio dwóch numerów klasyfikacyjnych), za wynik należy podać numer klasyfikacyjny odpowiadający wyższemu numerowi wzorca

Jezeli zabarwienie płytki wydaje się bardziej pomarańczowe niż numer klasyfikacyjny 1, należy podać nr 1

Jezeli jednak zaobserwuje się chociażby ślady czerwonego zabarwienia, należy podać nr 2

Ponieważ jasnoczerwono-fioletową barwę określającą numer klasyfikacyjny 2 trudno odróżnić od czerwonego karmazynowego nalotu na mosiądzowym tle, określającego numer klasyfikacyjny 3, należy w tym wypadku płytkę zanurzyć w izooktanie. Wtedy w wypadku powstania ciemnopomarańczowego zabarwienia płytkę zakwalifikować do numeru klasyfikacyjnego 2, a w wypadku gdy barwa nie ulegnie zmianie, płytkę zakwalifikować do numeru klasyfikacyjnego 3

W celu odróżnienia płytek z wielobarwnymi zmianami określającymi numer klasyfikacyjny 2 i 3, należy umieścić płytkę w probówce średnicy 25 mm i wysokości 150 mm i podgrzać do temperatury 315 — 370°C (600—700°F) w ciągu od 4 do 6 min na płytce elektrycznej. Temperaturę sprawdzić za pomocą termometru umieszczonego w drugiej probówce

W wypadku powstania zabarwienia srebrzystego, przechodzącego w złotawy odcień, płytkę należy zakwalifikować do numeru klasyfikacyjnego 2

W wypadku powstania zabarwienia jasnocznego, płytkę należy zakwalifikować do numeru klasyfikacyjnego 3

Jezeli w czasie ogrzewania powstaną plamy spowodowane dotknięciem palcami, kontaktem z zanieczyszczeniami

albo kropelkami wody itp., albo jeżeli ściany boczne wzdłuż głównej powierzchni płytki będą zakwalifikowane do numeru wyższego niż główne powierzchnie płytki, badanie należy powtórzyć

5.5. Oznaczanie składu frakcyjnego, destylacja normalna (metoda zgodna z IP 123/68)

5.5.1. Zasada oznaczania polega na wyznaczeniu zależności między objętością oddestylowanego badanego paliwa i temperaturą w warunkach omówionych w niniejszej metodzie

5.5.2. Określenia

a) Temperatura początku destylacji — temperatura odczytana na termometrze w chwili oderwania się pierwszej kropelki destylatu z dolnego końca rury chłodnicy

b) Temperatura końca destylacji — najwyższa temperatura wskazana przez termometr w czasie destylacji

c) Temperatura suchego punktu — odczytana temperatura w chwili odparowania ostatniej kropli cieczy z dna kolbki destylacyjnej. Nie należy zwracać uwagi na jakiegokolwiek krople lub film cieczy na ściankach kolbki lub na termometrze

d) Temperatura rozkładu — temperatura, przy której następują pierwsze oznaki termicznego rozkładu cieczy w kolbie, objawiające się powstawaniem dymów przy zdecydowanym spadku temperatury

e) Ilość destylatu w procentach — objętość destylatu zaobserwowana w odbieralniku w określonych temperaturach

f) Całkowita ilość destylatu w procentach — objętość destylatu otrzymana od początku do końca destylacji

g) Całkowity odzysk w procentach — suma całkowitej ilości destylatu i pozostałości otrzymanej w kolbce destylacyjnej

h) Straty destylacyjne w procentach — różnica między 100 a całkowitym odzyskiem w procentach

i) Pozostałość w procentach — objętość pozostałości w cm³ lub różnica między całkowitą ilością otrzymanego odzysku w procentach a całkowitą ilością przedestylowaną w procentach

j) Ilość odparowana, w procentach — suma ilości przedestylowanej w procentach i strat w procentach w określonej temperaturze

5.5.3. Aparat do destylacji (rys 6 i 7)

a) Kolba destylacyjna 1 ze szkła odpornego na działanie wysokiej temperatury, pojemności 125 cm³ (rys 8)

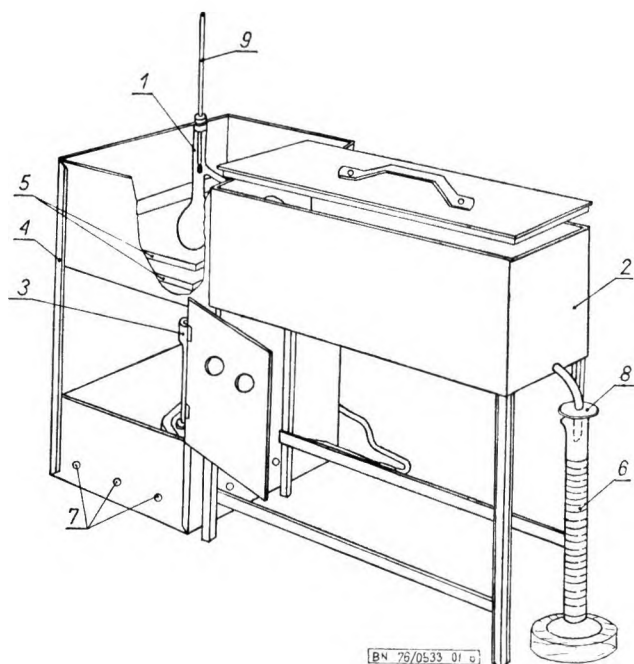
b) Łaznia chłodząca 2 z rurą miedzianą bez szwu, średnicy zewnętrznej 14,0 mm, o grubości ścianki 0,79—0,91 mm i długości 560 mm (rys 6 i 7)

Odległość między ścianami rury, a ścianami łaźni powinna wynosić co najmniej 12,7 mm, z wyjątkiem tych miejsc, gdzie rura wchodzi lub wychodzi z łaźni

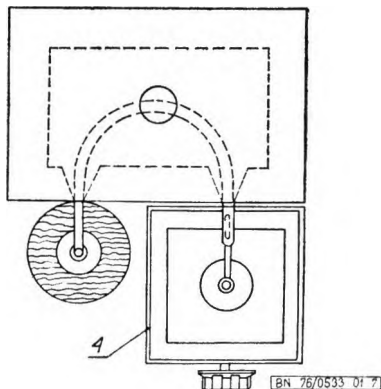
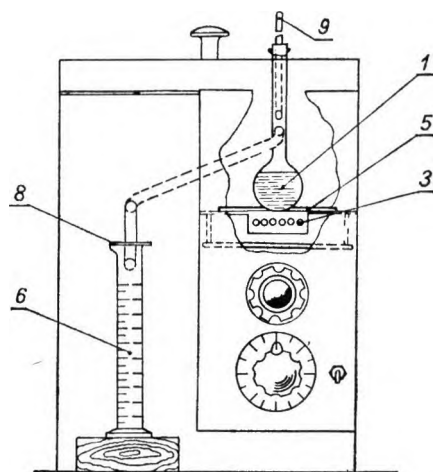
Pojemność płaszcza powinna wynosić co najmniej 5,5 dm³

Chłodnica powinna być tak osadzona w łaźni chłodzącej, aby odcinek rury o długości około 390 mm był zanurzony

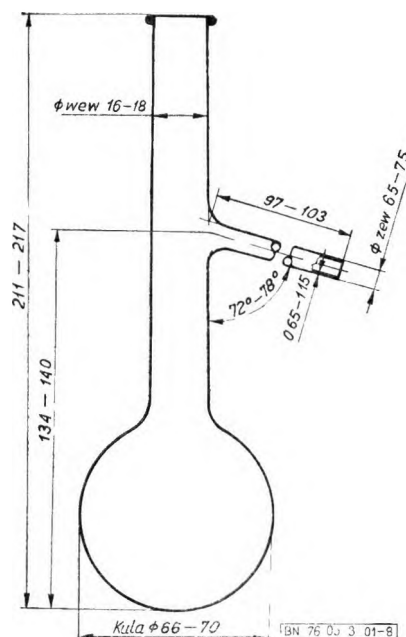
w cieczy chłodzącej, a odcinek około 50 mm przy połączeniu z kolbą destylacyjną znajdował się na zewnątrz łaźni oraz odcinek rury około 114 mm przy połączeniu z odbieralnikami znajdował się również na zewnątrz łaźni



Rys 6



Rys 7



Rys 8

Odcinek rury 50 mm powinien być prosty i ustawiony pod kątem 75° do pionu

Odcinek rury 114 mm powinien być zgięty w dół na długość 76 mm tak, aby koniec rury po wprowadzeniu do odbieralnika znajdował się 25–32 mm poniżej górnej powierzchni odbieralnika

Koniec rury powinien być ścięty pod kątem 45°

Odcinek rury 390 mm wewnątrz łaźni chłodzącej powinien być osadzony tak, aby przy wylocie odległość osi rury od górnej powierzchni łaźni wynosiła nie mniej niż 32 mm, a przy wylocie odległość osi rury od dna łaźni wynosiła nie mniej niż 19 mm

c) Grzejnik elektryczny z urządzeniem do regulacji temperatury lub palnik gazowy Bunsena 3 z urządzeniem regulującym ciśnienie gazu

d) Osłona lub skrzynka destylacyjna 4 dla osłony palnika typu I (rys 6), z blachy stalowej grubości około 0,8 mm, wysokość 480 mm długości 280 mm i szerokości 200 mm, zaopatrzona w drzwiczki umiejscowione na wąskiej przedniej ścianie. W każdej z dwu przeciwległych wąskich ścian powinny znajdować się dwa otwory (razem 4) o średnicy 25 mm, których środek powinien leżeć 216 mm poniżej górnej powierzchni osłony. Ponadto jedna ściana powinna mieć wycięcie dla rurki kolbki. W każdej z czterech ścian osłony powinny ponadto znajdować się trzy otwory 7 o średnicy 12,7 mm w odległości 25 mm od podstawy osłony

Dopuszcza się stosowanie osłony typu II (rys 7) z blachy stalowej o wysokości 440 mm, długości i szerokości 200 mm i grubości około 0,8 mm z okienkami na ścianie przedniej

e) Płytki azbestowa lub ceramiczna 5 o grubości 3–7 mm i średnicy 76–100 mm, którą umieszcza się na pierścieniu żelaznym. Płytkę używa się przy stosowaniu palnika gazowego lub przy innym płomieniowym typie ogrzewania, a przy stosowaniu elektrycznego ogrzewania może być ona zmodyfikowana lub usunięta

f) Płytką azbestową o nieco mniejszej średnicy niż płytka 5 z otworem średnicy 50 mm służącą do podtrzymywania kolbki destylacyjnej. Grubość płytki przy otworze powinna wynosić 3–7 mm. Przy stosowaniu palnika gazowego płytkę tę położyć na płytce 5.

g) Statyw z pierścieniem żelaznym średnicy co najmniej 100 mm dla podtrzymywania płytki azbestowej, umieszczonej wewnątrz osłony.

Zamiast statywu można stosować inny rodzaj podstawki.

h) Cylinder pomiarowy 6 (odbieralnik), pojemności 100 cm³, z działką elementarną co 1 cm³, przy czym każda dziesiąta działka powinna być zaznaczona kreską wzdłuż całego obwodu i oznaczona cyfrą.

Wysokość cylindra powinna wynosić 248–260 mm, długość podziałki 128–203 mm i średnica 1,5–2,0 mm.

Cylinder powinien być zakryty krążkiem z bibuły do sączenia 8.

i) Łaznia chłodząca dla cylindra, zapewniająca utrzymanie temperatury 13–18°C, wypełniona cieczą chłodzącą co najmniej do wysokości kreski cylindra odpowiadającej 100 cm³ objętości.

j) Termometr 9 o zakresie mierniczym od –2 do 400°C, z działką elementarną co 1°C wg tabl. 4.

Tablica 4

Wielkości charakterystyczne termometru	
Działki oznaczone liczbą	co 10°C
Komora ekspansyjna	wymagana
Długość termometru, mm	380 ± 10
Średnica, mm	5,5–8
Kształt zbiorniczka	cylindryczny
Długość części zbiornikowej, mm	8–16
Średnica zbiorniczka, mm	5,5–8
Odległość od dolnej części zbiorniczka do kreski 0°C, mm	25–45
Długość podziałki, mm	288–329
Dłuższa kreska na podziałce	co 15°C
Błąd w skali, nie więcej niż	±1°C do 300°C ±1,5 powyżej 300
Zanurzenie	całkowite
Zakończenie górne	pierścień lub kulka

Termometr powinien być sztucznie starzony przez specjalną obróbkę termiczną przed skalowaniem, aby zapewnić stabilność punktu zerowego.

W tym celu termometr ogrzać do najwyższej temperatury, jaka znajduje się na skali termometru i utrzymywać w niej termometr przez 24 h, po czym pozostawić na powietrzu do ochłodzenia do temperatury 20 ± 3°C, następnie po upływie 72 h ponownie ogrzewać do najwyższej temperatury i ochłodzić.

Dokładność wskazań termometru powinna mieścić się w określonych granicach.

5.5.4. Przygotowanie do oznaczania

5.5.4.1. Przygotowanie próbek badanego paliwa.

Pobraną próbkę badanego paliwa w butelce utrzymywać w temperaturze 15°C.

W przypadku, gdy badane paliwo zawiera zawieszoną wodę, należy pobrać inną próbkę nie zawierającą wody.

5.5.4.2. Przygotowanie aparatu do oznaczania. Aparat zestawić jak na rys. 6 lub 7. Rurę chłodniczą oczyścić szmatką przymocowaną do sznurka lub drutu w celu usunięcia pozostałości po poprzedniej destylacji.

W przypadku gdy kolba destylacyjna jest zanieczyszczona pozostałościami koksowymi z poprzedniej destylacji, należy ją wymyć mieszaniną chromową i roztworem wodorotlenku sodowego, a następnie wodą destylowaną. Po wysuszeniu kolbę przemyć ponownie lekką benzyną i wysuszyć na powietrzu.

Łaznię chłodzącą napełnić cieczą ochładzającą, zapewniającą w czasie destylacji utrzymanie temperatury w łaźni 0–1,5°C tak, aby rura chłodnicy była całkowicie w niej zanurzona. Jeżeli jest to konieczne, zastosować cyrkulację lub mieszanie albo dmuchanie powietrzem, tak, aby przez cały czas wykonywania oznaczania utrzymywać wymaganą temperaturę łaźni chłodzącej.

Do kolby destylacyjnej o temperaturze 20 ± 2°C odmierzyć za pomocą suchego cylindra pomiarowego 6, o temperaturze 20 ± 2°C, 100 cm³ badanego paliwa o temperaturze 20 ± 2°C. Kolbę i cylinder należy przechowywać w temperaturze 20 ± 2°C. Badane paliwo ostrożnie przelewać do kolby, aby ciecz nie dostała się do bocznej rurki kolby.

Termometr umieścić wśrodkowo w korku tak, aby po włożeniu go do kolby powierzchnia rtęci w części zbiornikowej termometru była na poziomie dolnej krawędzi bocznej rurki kolby destylacyjnej. Następnie umieścić kolbę w osłonie na płytce azbestowej o średnicy otworu 50 mm, boczną zaś rurkę kolby uszczelnić w rurze chłodnicy za pomocą korka tak, aby wchodziła do rury na głębokość 25–50 mm, nie dotykając jej ścianek. Cylinder pomiarowy 6, nieosuszony, użyty poprzednio do odmierzenia badanego paliwa, ustawić jako odbieralnik u wylotu rury chłodnicy tak, aby koniec rury sięgał w głąb cylindra co najmniej 26 mm, jednak nie niżej kreski oznaczającej 100 cm³. Jeżeli temperatura pomieszczenia i odbieralnika jest niższa od 13°C lub wyższa od 18°C, odbieralnik należy zanurzyć aż po kreskę 100 cm³ w łaźni, zapewniającej utrzymanie temperatury 13–18°C. Cylinder przykryć krążkiem z bibuły zaopatrzoną w otwór o średnicy odpowiadającej zewnętrznej średnicy rury chłodnicy. Odczytać i zanotować ciśnienie barometryczne i następnie przystąpić do oznaczania.

5.5.5. Wykonanie oznaczania. Kolbę z badanym paliwem ogrzewać powoli, regulując ogrzewanie tak, aby pierwsza kropla destylatu spadła po upływie 5–15 min.

Odczytaną temperaturę, przy której spadła do cylindra pomiarowego (odbieralnika) pierwsza kropla destylatu, zanotować jako temperaturę początku destylacji.

Następnie przesunąć cylinder pomiarowy tak, aby koniec rury chłodnicy dotykał ścianki cylindra. Ogrzewanie tak uregulować, aby destylacja od uzyskania 5% destylatu przebiegała ze stałą szybkością 4–5 cm³ destylatu na mi-

nutę. W czasie destylacji przeprowadzać obserwację i zapisywać wyniki zgodnie z wymaganiami niniejszej normy

Przy odczytach objętości brać pod uwagę menisk dolny i zapisywać wynik z dokładnością do $0,5 \text{ cm}^3$, a przy odczytach temperatury z dokładnością do $0,5^\circ\text{C}$

Kiedy w kolbie destylacyjnej pozostanie około 5 cm^3 badanego paliwa tak uregulować ogrzewanie, aby zakończyć destylację w czasie 3–5 min. Za koniec destylacji przyjąć najwyższą temperaturę wskazaną przez termometr

W chwili odparowania ostatniej kropli badanego paliwa z dna kolbki destylacyjnej odczytać temperaturę suchego punktu

W wypadku, gdy najwyższa temperatura zostanie osiągnięta przed oddestylowaniem całej objętości badanego paliwa, zanotować, że dno kolby nie było suche

Gdy jeszcze destylat sika z końca rurki chłodnicy do odbieralnika obserwować co 2 min objętość badanego paliwa w odbieralniku do czasu, gdy dwa po sobie następujące odczyty nie wykazą wzrostu objętości

Następnie odczytać i zanotować objętość badanego paliwa w odbieralniku z dokładnością do $0,5 \text{ cm}^3$ jako całkowitą ilość destylatu w procentach

Ochłodzoną pozostałość kolby przełożyć do cylindra pomiarowego pojemności 10 cm^3 z działką elementarną co $0,1 \text{ cm}^3$ ochłodzonego do temperatury $13\text{--}18^\circ\text{C}$, następnie cylinder umieścić w wodzie i po upływie 10 min odczytać objętość i zanotować z dokładnością do $0,5 \text{ cm}^3$ jako pozostałość. Objętość pozostałości dodać do całkowitej ilości destylatu w celu otrzymania całkowitego odzysku w procentach

Alternatywnie całkowity odzysk w procentach można wyznaczyć postępując następująco

Po ochłodzeniu kolby przełożyć jej zawartość do cylindra pomiarowego zawierającego całkowitą ilość destylatu i zanotować tę objętość (po stwierdzeniu, że nie ulega ona zwiększeniu) z dokładnością do $0,5 \text{ cm}^3$ jako całkowity odzysk w procentach

Straty destylacyjne w procentach obliczyć przez odjęcie od objętości 100 cm^3 całkowitego odzysku w procentach tzw. sumy całkowitej ilości destylatu i pozostałości po destylacji

Skład frakcyjny należy oznaczyć przy ciśnieniu barometrycznym 760 mm Hg . W wypadku, gdy ciśnienie barometryczne w czasie wykonywania oznaczania jest różne od 760 mm Hg , należy przy odczytywaniu temperatury uwzględnić poprawkę (K) sprowadzającą pomiar do ciśnienia barometrycznego 760 mm Hg . Poprawkę (K) w $^\circ\text{C}$ obliczyć wg wzoru

$$K = 0,0012(760 - p)(273 + t) \quad (15)$$

w którym

p — odczytane ciśnienie barometryczne w czasie destylacji, zredukowane do temperatury 0°C ,
— mm Hg ,

t — odczytana temperatura destylacji, $^\circ\text{C}$,

$0,0012$ — współczynnik do przeliczenia ciśnienia na temperaturę,

273 — temperatura 0°C wyrażona w skali bezwzględnej

W wypadku gdy różnica ciśnienia wynosi więcej niż 10 mm Hg , można stosować przybliżone wartości poprawek podane w tabl. 5

Tablica 5

Zakres temperatur	Poprawka K na każde 10 mm Hg różnicy ciśnień
$^\circ\text{C}$	
od 10 do 30	0,35
30 do 50	0,38
50 do 70	0,40
70 do 90	0,42
90 do 110	0,45
110 do 130	0,47
130 do 150	0,50
150 do 170	0,52
170 do 190	0,54
190 do 210	0,57
210 do 230	0,59
230 do 250	0,62
250 do 270	0,64
270 do 290	0,66
290 do 310	0,69
310 do 330	0,71
330 do 350	0,74
350 do 370	0,76
370 do 390	0,78
390 do 410	0,81

Jeżeli ciśnienie barometryczne jest niższe niż 760 mm wartość poprawek należy dodać, a jeżeli jest wyższe niż 760 mm — odjąć

Straty destylacyjne (m_s), %, przeliczyć również na ciśnienie 760 mm Hg wg wzoru

$$m_s = Am_{st} + B \quad (16)$$

w którym

m_{st} — masa strat obliczona w czasie oznaczania, %,

A i B — stałe liczbowe odczytane z tabl. 6, stosowane dla uzyskania skorygowanych strat destylacyjnych

Tablica 6

Ciśnienie barometryczne mm Hg	A	B
560	0,231	0,384
570	0,240	0,380
580	0,250	0,375
590	0,261	0,369
600	0,273	0,363
610	0,286	0,357
620	0,300	0,350
630	0,316	0,342
640	0,333	0,333
650	0,353	0,323
660	0,375	0,312

cd tabl 6

Cisnienie barometryczne mm Hg	A	B
670	0,400	0,300
680	0,428	0,286
690	0,461	0,269
700	0,500	0,250
710	0,545	0,227
720	0,600	0,200
730	0,667	0,166
740	0,750	0,125
750	0,857	0,071
760	1,000	0,000

W celu podania ilości odparowanej w procentach przy określonych wskazaniach termometru należy każdorazowo mierzyć ilość destylatu w cylindrze pomiarowym oraz pozostałość w kolbie dla każdej określonej temperatury. Następnie obliczyć kolejno straty dla każdej określonej temperatury i dodać je do odpowiednich ilości destylatu w celu otrzymania odpowiedniej ilości odparowanej.

Temperaturę dla obliczonej ilości odparowanej wyznaczyć na podstawie wykresu, odkładając na osi rzędnych odczytane wartości temperatury z poprawkami na ciśnienie barometryczne w °C, a na osi odciętych odpowiednie ilości destylatu, w procentach objętościowych.

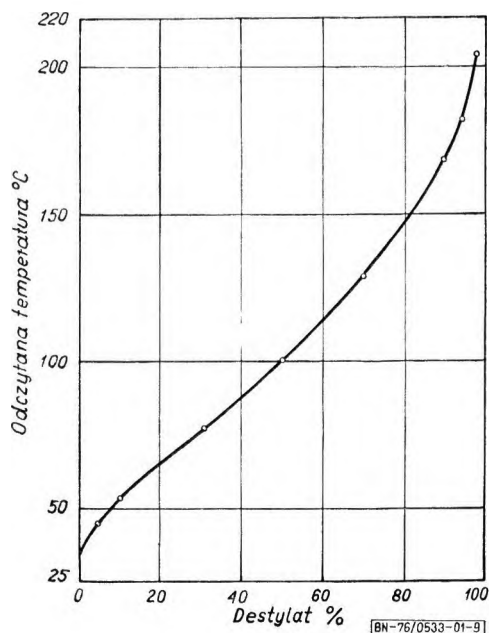
Przyjmując 0 % objętości destylatu dla początkowej temperatury destylacji wykreslic krzywą bez załaman.

Następnie od każdej obliczonej ilości odparowanej w procentach odjąć straty destylacyjne w procentach, w celu otrzymania odpowiedniej ilości destylatu w procentach.

Z wykresu odczytać wartości temperatury odpowiadające tym ilościom destylatu w procentach, które są temperaturami ilości odparowanej w procentach.

Przykład wyznaczenia wartości temperatury, przy obliczonych ilościach odparowanych w procentach, podano na wykresie (rys 9), wykresionym na podstawie następujących danych:

	°C
Początek destylacji	36,5
5% destylatu	45,5
10% destylatu	54
20% destylatu	65,5
30% destylatu	77
40% destylatu	89,5
50% destylatu	101,5
70% destylatu	131
80% destylatu	149
90% destylatu	171
95% destylatu	186,5
Koniec destylacji	209
	%
Całkowita ilość destylatu	97,5
Pozostałość	1,0
Straty destylacyjne	1,5



Rys 9

Z wykresu odczytać wskazania termometru przy ilościach destylatu, w %, odpowiadające wyznaczonym ilościom odparowanym w procentach, co przykładowo podano w tabl 7.

Tablica 7

Wyznaczona ilość odparowana	Odpowiadająca ilość destylatu %	Temperatura odczytana z wykresu °C (rys 9)
5	3,5	43
50	48,5	100
90	88,5	167

5.5.6 Wynik Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, których powtarzalność i odtwarzalność nie różni się o wartości większe niż odczytane z wykresu (rys 10). Dopuszczalna wartość odchylenia dla powtarzalności i odtwarzalności zależy od otrzymanego wyniku oznaczania oraz od stopnia zmiany temperatury.

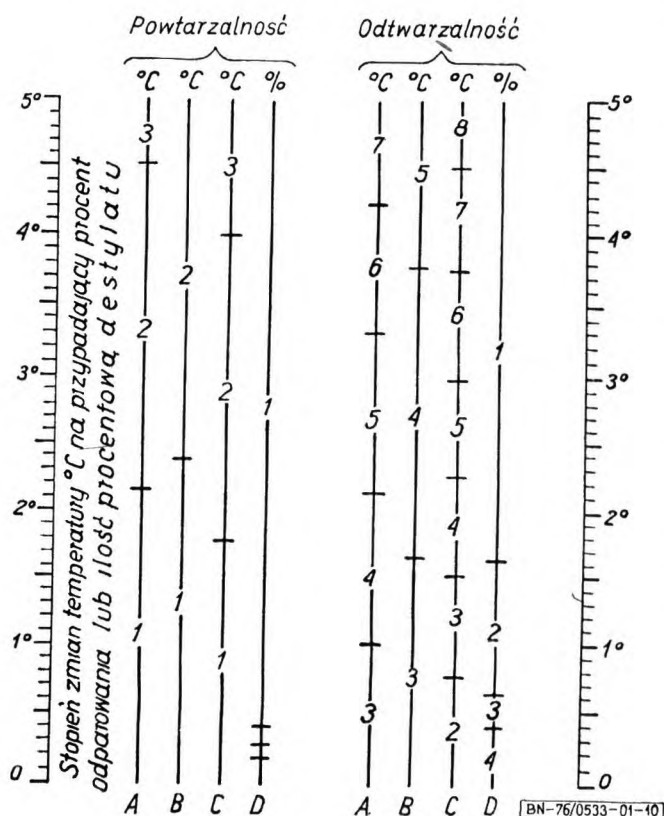
Dla ułatwienia stosowania wykresu (rys 10) należy założyć, że stopień zmiany temperatury, w °C, przypadający na ilość odparowaną, w procentach lub na ilość destylatu, w procentach, w jakimkolwiek punkcie między temperaturą początku a temperaturą końca destylacji lub temperaturą suchego punktu jest równy średniemu stopniowi zmiany między 2 punktami temperatury równo oddalonymi w jednym i drugim kierunku od rozważonego punktu temperatury.

W zakresie tego przedziału temperaturowego ilość odparowana, w procentach lub ilość destylatu, w procentach, nie powinna różnić się w końcowych temperaturach więcej niż o 10% ilości odparowanej, w procentach, lub ilości destylatu, w procentach, w wypadku gdy rozważany punkt leży między 10 a 90% ilości destylatu i nie więcej niż o 5%

ilości odparowanej, w procentach, lub ilości destylatu, w procentach, w pozostałych punktach

W wypadku temperatury początku i końca destylacji, należy założyć, że stopień zmiany temperatury jest taki sam w zakresie od temperatury początku destylacji do 5% ilości odparowanej lub ilości destylatu (0–5% destylatu), jak i od temperatury końca destylacji do wartości o 5% niższej (np 98 do 93%)

Powtarzalność i odtwarzalność dla czterech własności wg wykresu (rys 10) odczytać z wykresu przez przeprowadzenie prostej linii poziomej z punktu odpowiadającego znalezionej wartości stopnia zmiany temperatury do przecięcia z prostą charakteryzującą daną własność



Rys 10

5.6 Pomiar temperatury zapłonu metodą Abla (metoda zgodna z IP 170/70 p. 6)

5.6.1. Określenia. Temperatura zapłonu – najniższa temperatura, przy której parę badanego produktu, ogrzanego w ściśle określony sposób, tworzą z powietrzem mieszaninę zapalającą się przy zbliżeniu płomienia

5.6.2. Zasada pomiaru polega na ogrzaniu badanej próbki w zamkniętym tyglu z równomierną szybkością. W określonych odstępach czasu zbliża się mały płomyk, aż do zapalenia się par nad powierzchnią próbki z powstawaniem wyraźnego blasku wewnątrz tygla. Temperaturę, przy której nastąpiło zapalenie się par, przyjmuje się jako temperaturę zapłonu

5.6.3. Przyrządy

Aparat Abla (rys 11 i 12)

a) Tygiel mosiężny 1, z kołnierzem okrągłym wystającym na zewnątrz i zagiętym pod kątem prostym. Wewnątrz tygla znajduje się wskaźnik przyspawany srebrem lub mosiądzem, wykonany z drutu zagiętego w górę, ostro zakończony

b) Pokrywa mosiężna 2 ściśle dopasowana do tygla z obrzeżem skierowanym w dół, dotykającym kołnierza tygla. Obrzeże to stanowi część pokrywy lub może być przylutowane srebrem lub mosiądzem do pokrywy

Na pokrywie zamontowane są

– tulejka do termometru 3

o zewnętrznej średnicy 15,235–15,253 mm,

o wewnętrznej średnicy 15,222–15,232 mm,

– czopy 4 do osadzania lampki olejowej, które przytwierdzone są do górnej powierzchni przewodników,

– para przewodników, w których przesuwają się zasuwka

W pokrywie są trzy prostokątne otwory symetrycznie umieszczone wzdłuż średnicy, jeden w środku, a dwa pozostałe tak blisko, jak to tylko możliwe od wewnętrznej krawędzi obrzeża i położone naprzeciw siebie,

– zasuwka mosiężna 5 grubości około 2 mm i szerokości 12,7–12,9 mm z dwoma otworami – jeden odpowiada środkowemu otworowi pokrywy, a drugi jednemu z bocznych otworów w pokrywie. Ruch zasuwki jest ograniczony przez odpowiednie rygle, a jej długość i rozmieszczenie otworów jest takie, że przy najbardziej zewnętrznej polożeniu zasuwki otwory na pokrywie są otwarte, a przy najbardziej wewnętrznej polożeniu są zamknięte,

– lampka olejowa napełniona olejem rzepakowym do wysokości sięgającej do dolnej krawędzi rurki, w której znajduje się knot. Lampka osadzona jest tak na czopach, aby mogła wykonywać ruch wahadłowy. Lampka jest tak zsynchronizowana z zasuwką, że przy otwarciu otworów w pokrywie lampka zagłębia się w środkowym otworze

Długość rurki, w której znajduje się knot, około 15 mm, średnica wewnętrzna 1,5–1,7 mm

Dopuszcza się zamiast lampki olejowej stosowanie palniczka gazowego

– tulejka do termometru 3 do pomiarów temperatury zapłonu – rurka metalowa zamontowana pod kątem prostym do średnicy przechodzącej przez środek otworów

– koralik 6 z kości słoniowej lub innego odpowiedniego tworzywa, średnicy około 3,1–4,1 mm służący jako wzor wielkości płomienia palnika

c) Mieszadło 7 z mosiądzu, w tulejce 8 zamontowanej do pokrywy po stronie przeciwnej niż tulejka na termometru w sposób umożliwiający swobodny ruch mieszadła. Długość i kąt osadzenia mieszadła powinny być takie, aby skrzydełka mieszadła znajdowały się poniżej zbiornika termometru. Mieszadło składa się z okrągłego pręta nagwintowanego w górnej części, do którego przylutowane są srebrem cztery skrzydełka. Na górnej części pręta znajduje się kołnierz umożliwiający zanurzenie mieszadła tylko do wymaganej głębokości. Do górnego końca pręta dokręcona jest długa nasadka od wewnątrz nagwintowana, zakończona karbowaną gałką. W wypadku gdy nie używa się mieszadła, otwór tulejki zamknąć cylindryczną zatyczką. Wymiar a

(rys 12) powinien być taki, aby mieszadło obracało się swobodnie po zamontowaniu pokrywy

Mieszadło powinno obracać się zgodnie z ruchem wskazówek i kierować ciecz ku dołowi tygla

d) Łaznia wodna 9 składająca się z dwóch naczyń cylindrycznych o płaskich dnach. Naczynia umieszczone są współosiowo jedno w drugim i przyspawane u góry do miedzianego pierścienia o średnicy zewnętrznej większej niż średnica większego naczynia i o średnicy wewnętrznej mniejszej niż średnica mniejszego naczynia. Przestrzeń między naczyniami jest napełniona wodą

e) Pierścien ebonitowy lub fibrowy 10, zamknięty w środku pierścienia miedzianego, tworzy pokrywę łaźni. W czasie oznaczania tygiełek wchodzi w otwór, a jego kołnierz spoczywa na pierścieniu ebonitowym tak, że tygiełek jest umieszczony centrycznie wewnątrz łaźni. Pierścien ebonitowy jest przymocowany za pomocą sześciu małych śrub do płyty

f) Tulejka 11, do termometru, do pomiaru temperatury łaźni wodnej, znajdująca się na pokrywie łaźni, o średnicy wewnętrznej 15,0–15,5 mm

g) Lejek 12, do napełniania łaźni wodą i rurka przelewowa znajdująca się na pokrywie łaźni

h) Dwa uchwyty

1) Trójnog z łanego żelaza, na którym spoczywa łaźnia, przymocowany do zewnętrznego miedzianego płaszczu, grubości nie mniejszej niż 2 mm i średnicy $165 \pm 2,5$ mm. Do płaszczu przymocowane są dwa uchwyty

j) Termometr 13, do pomiaru temperatury zapłonu – rtęciowy, napełniony azotem, skalowany czarną emalią, o zakresie mierniczym 10–65°C, z działką elementarną co 0,05°C. Każda piąta i dziesiąta działka jest zaznaczona dłuższą kreską

Długość – 230 mm (9 cali)

Średnica – 6,2–7,1 mm (0,24–0,29 cala)

Średnica części zbiornikowej – 9 mm

Odległość od dolnej części zbiornikowej do działki odpowiadającej 30°C – 68–78 mm

Odległość między działkami 30–80°C – nie mniejsza niż 180 mm

Zanurzenie termometru w czasie pomiaru powinno być takie, aby dolna jego część zbiornikowa była oddalona od górnej krawędzi kołnierza mosiężnego o $60 \pm 1,5$ mm

k) Termometr rtęciowy 14, do pomiaru temperatury łaźni wodnej, napełniony azotem, skalowany czarną emalią, o zakresie mierniczym od 30–90°C, z działką elementarną co 0,5°C. Każda piąta i dziesiąta działka jest zaznaczona dłuższą kreską

Długość – około 230 mm (9 cali)

Średnica – 6,2–7,1 mm

Średnica części zbiornikowej – nie większa niż termometru, a długość – około 20 mm

Odległość od dolnej części zbiornika do działki odpowiadającej 50°C – około 100 mm

Odległość między działkami 50–90°C – nie mniejsza niż 88 mm

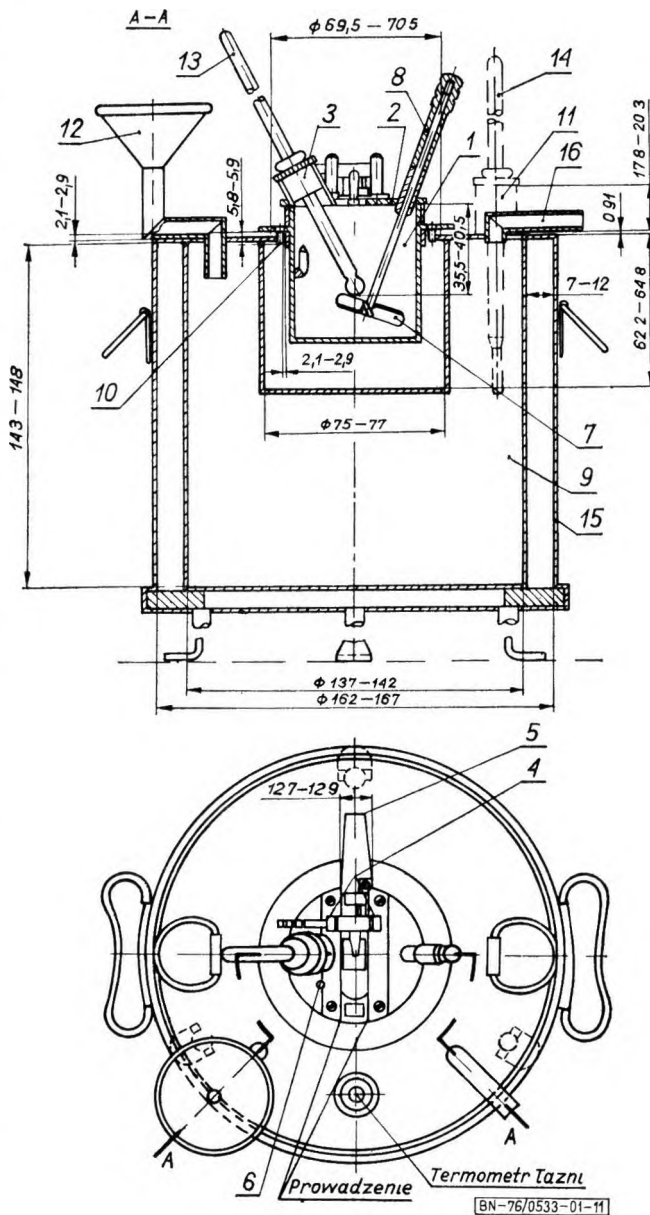
Zanurzenie termometru w czasie pomiaru powinno

być takie, aby dolna część zbiornika była oddalona od górnej krawędzi kołnierza mosiężnego o 80 ± 2 mm

l) Kołnierze mosiężne na termometry średnicy wewnętrznej, takiej, aby ciasno wchodziły do tulejki

1) Osłona 15

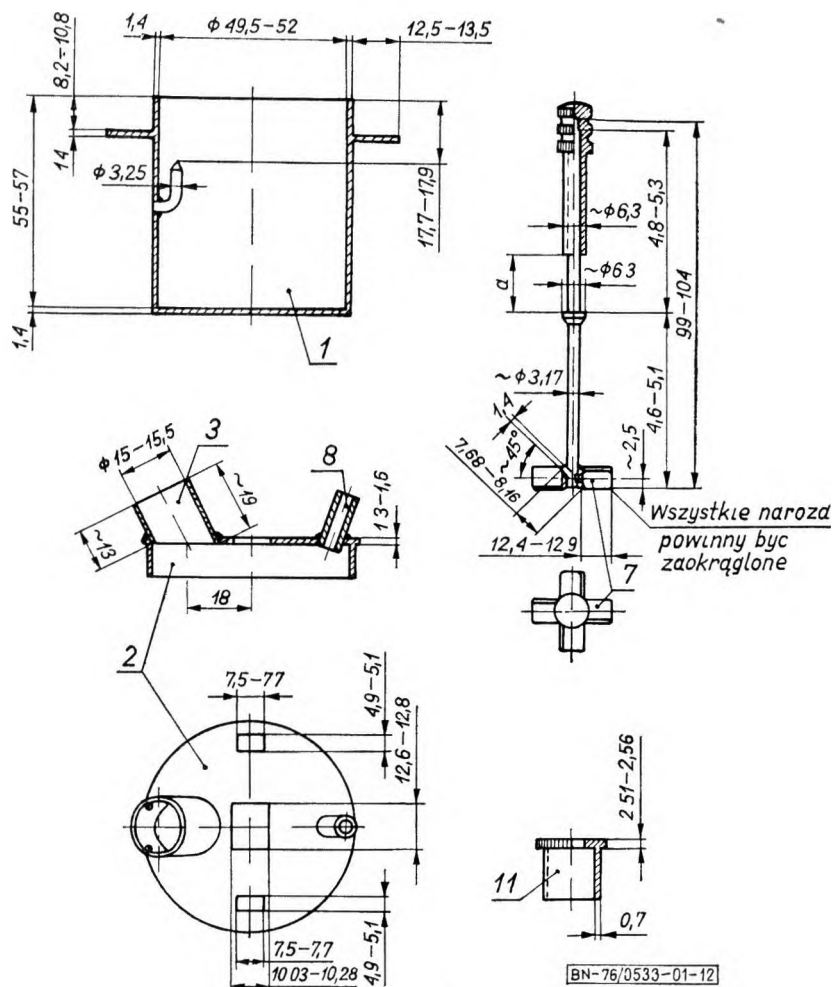
m) Rura wlewowa 16



Rys 11

5.6.4 Wykonanie oznaczania Aparat do pomiaru powinien być umieszczony w miejscu zabezpieczonym od przewiewu. Łaznię wodną oraz przestrzeń otaczającą tygieł napełnić wodą do wysokości około 40 mm

Badane paliwo oziębić do temperatury 0–10°C (32+–50°F) i wlać do czystego tygla, ustawionego poziomo, do wysokości równej z końcem wskaźnika. Na tygieł nałożyć pokrywę przy zamkniętej zasuwce, po czym umieścić całość w łaźni, uważając, aby paliwo nie zwilżyło ścian tygla nad powierzchnią cieczy. Następnie osadzić w pokrywie termometr do wymaganego zanurzenia. Nie wolno zmieniać położenia termometru w czasie przeprowadzania



pomiaru Ogrzewac łącznie z szybkością taką, aby temperatura badanego paliwa podnosiła się 1°C (2°F) na minutę

Gdy badane paliwo osiągnie temperaturę 27°C (80°F), przeprowadzać próby zapłonu w odstępach co 0,5°C (1°F), otwierając otwór, przysuwając płomień palnika do tygielka i zamykając otwór (przerwać wówczas mieszanie). Płomień palnika przez cały czas oznaczania powinien mieć średnicę około 3,8 mm, co sprawdzić przez porównanie z koralikiem. Czynność zapalania, tzn. otwieranie okienka, przysuwanie palnika i zamykanie okienka nie powinna trwać dłużej niż 4 s. Czynność zapalania powtarzać do chwili kiedy pojawi się wyraźny płomień.

Za temperaturę zapłonu badanego paliwa przyjąc temperaturę, przy której następuje pierwsze nagłe zapalenie się par wewnątrz tygla (niebieski płomień nad całą powierzchnią produktu) Niebieskiego odbłasku, który otacza czasem płomyk zapalający, nie należy mylic z płomieniem paliwa wewnątrz tygla

Zapaleniu towarzyszy zazwyczaj lekki wybuch i zgasnięcie płomienia palniczka. Zanotować tę temperaturę i ciśnienie barometryczne w mm Hg.

W przypadku, gdy pomiar jest wykonywany przy ciśnieniu różnym od 760 ± 15 mm Hg, uwzględnić poprawkę (P) obliczoną wg wzoru

$$P = 1 + 0,04(760 - p) \quad (17)$$

w którym

t — zaobserwowana temperatura, °F,

p — ciśnienie barometru, mm Hg,

Poprawkę tę można stosować tylko dla ciśnienia 735–785 mm Hg

Otrzymaną temperaturę w °F przeliczyć na °C

W przypadku gdy istnieją błędy termometru i błędy aparatu, należy je uwzględnić

5.6.5. Wynik Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników pomiarów nie różniących się między sobą, w wypadku przeprowadzenia dwóch równoległych pomiarów, nie więcej niż o 1°C (2°F), a w wypadku wykonywania pomiaru przez dwa różne laboratoria, nie więcej niż o 1,5°C (3°F). Wyniki podawać z dokładnością do 0,5°C.

5.7 Oznaczanie ciężaru właściwego (względnego) areometrem (metoda zgodna z IP 160/68)

5.7 1. Określenia

a) Ciężar właściwy (względny) – stosunek ciężaru danej

objętości cieczy w temperaturze t_1 do ciężaru takiej samej objętości czystej wody w tej samej temperaturze

Temperaturą odniesienia jest $15,6^\circ\text{C}$, natomiast oznaczanie można prowadzić również w innej temperaturze

b) Gęstość (masa właściwa) — masa cieczy zajmująca jednostkę objętości w temperaturze 15°C

5.7.2 Jednostki

Ciężar właściwy (względny) $d_{15,6/15,6}$ — liczba niemiarowana

Gęstość ρ — g/cm^3

Za temperaturę odniesienia w normie przyjęto temperaturę 15°C

5.7.3 Zasada oznaczania polega na doprowadzeniu badanego paliwa do wymaganej temperatury, wprowadzeniu go do cylindra o tej samej temperaturze i zanurzeniu w nim areometru. Po osiągnięciu stanu równowagi odczytuje się wskazania areometru i temperaturę badanego paliwa

5.7.4. Przyrządy

a) Areometry wg BS 718 1960 serii L 50 SP i M 50 SP wg tabl 8

zauważy się na powierzchni cieczy pęcherzyki powietrza, należy je usunąć przez lekkie dotknięcie powierzchni cieczy kawałkami czystej i suchej bibuły do sączenia

Ustawić cylinder z badaną probką w pozycji pionowej w miejscu zabezpieczonym od przewiewu i zmian temperatury

Jeżeli oznaczanie wykonuje się w temperaturze różniącej się od temperatury $20 \pm 2^\circ\text{C}$, należy użyć termostatu. Następnie zanurzyć areometr w cieczy, a po ustaleniu się jego położenia wymieszać ostrożnie zawartość cylindra termometrem, którego słup rtęci powinien być zanurzony w cieczy

Odczytać temperaturę z dokładnością do $0,25^\circ\text{C}$, po czym wyjąć termometr i po ustaleniu się położenia areometru wcisnąć go o około 2 podziałki w dół, po czym zwolnić nacisk. Uważać przy tym, aby część areometru wystająca z cieczy nie była zwilżona produktem

Po ustaleniu się położenia areometru z dala od ścian cylindra odczytać wskazania podziałki areometrycznej z dokładnością do 0,0001

Natychmiast po odczytaniu wskazania areometru odczytać temperaturę z dokładnością do $0,25^\circ\text{C}$

Tablica 8

Specyfikacja	Typ	Jednostki	Zakres mierniczy		Podziałka		Poprawka na menisk
			całkowity	pojedynczego areometru	działka elementarna	błąd	
BS 718 1960 L 50 SP M 50 SP	Specjalny dla produktów naftowych	gęstość Kg/dm^3 (g/cm^3) w temperaturze 15°C	0,600—1,100	0,050	0,0005	$\pm 0,0003$	+0,0007
			0,600—1,100	0,050	0,001	$\pm 0,0006$	+0,0014
BS 718 1960 L 50 SP M 50 SP	Specjalny dla produktów naftowych	ciężar właściwy $60/60^\circ\text{F}$ ($15,6$, $15,6^\circ\text{C}$)	0,600—1,100	0,050	0,0005	$\pm 0,0003$	+0,0007
			0,600—1,100	0,050	0,001	$\pm 0,0006$	+0,0014

b) Cylindry ze szkła bezbarwnego z dziobkiem o średnicy wewnętrznej co najmniej 25 mm większej od zewnętrznej średnicy używanego areometru. Wysokość cylindra powinna być taka, aby dolny koniec areometru zanurzonego w cieczy znajdował się w czasie oznaczania w odległości nie mniejszej niż 25 mm od dna cylindra

c) Termometr rtęciowy o zakresie mierniczym od -20 do 102°C z działką elementarną co $0,2^\circ\text{C}$ z dopuszczalnym błędem oznaczenia $\pm 0,1^\circ\text{C}$

d) Termostat do utrzymywania stałej temperatury

5.7.5. Wykonanie oznaczania. Badane paliwo, cylinder oraz termometr doprowadzić do temperatury nie różniącej się więcej niż o 3°C od wymaganej temperatury, w której przeprowadza się pomiar

Wlać ostrożnie badane paliwo do czystego cylindra szklanego, uważając, aby pęcherzyki powietrza nie przedostały się do cieczy. Należy zapobiec rozpryskiwaniu się oraz odparowywaniu badanego paliwa

W przypadku gdy w czasie wlewania badanego paliwa

Za wskazanie areometru przyjąć punkt ze skali, w którym powierzchnia cieczy przecina skalę. Punkt ten oznaczyć wzrokowo, umieszczając oczy poniżej powierzchni cieczy, a następnie podnosząc je powoli, aż powierzchnia widziana początkowo jako zniekształcona elipsa stanie się linią prostą przecinającą skalę areometru

Bezpośrednio po wykonaniu oznaczania wymieszać badane paliwo termometrem i odczytać jego temperaturę

Jeżeli temperatura będzie różniła się od poprzedniego odczytu więcej niż o $0,5^\circ\text{C}$, powtarzać pomiar aż do osiągnięcia temperatury nie różniącej się więcej niż o $0,5^\circ\text{C}$ od poprzedniego odczytu

Za temperaturę oznaczania przyjąć średnią temperaturę odczytaną z dokładnością do $0,2^\circ\text{C}$ ($0,5^\circ\text{F}$) przed i po pomiarze

Jeżeli oznaczanie ciężaru właściwego przeprowadza się w temperaturze różnej od $15,6^\circ\text{C}$, należy uwzględnić poprawkę wg tabl 9

Poprawka ta może być stosowana tylko wtedy, gdy tem-

Tablica 9

Ciężar właściwy względny 60/60°F (15,6/15,6°C)	Współczynnik poprawki na 1°F	Ciężar właściwy względny 60/60°F (15,6/15,6°C)	Współczynnik poprawki na 1°F
0,5967 - 0,6049	0,00057	0,7125 - 0,7537	0,00044
0,6050 - 0,6133	0,00056	0,7538 - 0,7649	0,00043
0,6134 - 0,6219	0,00055	0,7650 - 0,7760	0,00042
0,6220 - 0,6320	0,00054	0,7771 - 0,7869	0,00041
0,6321 - 0,6419	0,00053	0,7870 - 0,7988	0,00040
0,6420 - 0,6530	0,00052	0,7989 - 0,8124	0,00039
0,6531 - 0,6649	0,00051	0,8125 - 0,8283	0,00038
0,6650 - 0,6775	0,00050	0,8284 - 0,8599	0,00037
0,6776 - 0,6899	0,00049	0,8600 - 0,9250	0,00036
0,6900 - 0,7025	0,00048	0,9251 - 1,0249	0,00035
0,7026 - 0,7166	0,00047	1,0250 - 1,0749	0,00034
0,7167 - 0,7300	0,00046	1,0750 - 1,1249	0,00033
0,7301 - 0,7424	0,00045		

temperatura oznaczania nie różni się od 15,6°C (60°F) więcej niż o 10°C (20°F)

W wyniku należy również uwzględnić poprawkę podaną w metryce areometru

W przypadku oznaczania gęstości w temperaturze różnej od 15°C, należy uwzględnić poprawkę wg tabl 10. Poprawka ta może być stosowana tylko wtedy, gdy temperatura oznaczania nie różni się od 15°C więcej niż o 10°C

Tablica 10

Gęstość w temperaturze 15°C, g/dm³	Współczynnik poprawki na 1°C	Gęstość w temperaturze 15°C, g/cm³	Współczynnik poprawki na 1°C
0,5967 - 0,6049	0,00103	0,7422 - 0,7534	0,00079
0,6050 - 0,6133	0,00101	0,7535 - 0,7646	0,00077
0,6134 - 0,6219	0,00099	0,7647 - 0,7757	0,00076
0,6220 - 0,6319	0,00097	0,7758 - 0,7866	0,00074
0,6320 - 0,6418	0,00095	0,7867 - 0,7984	0,00072
0,6419 - 0,6529	0,00094	0,7985 - 0,8020	0,00070
0,6530 - 0,6648	0,00092	0,8021 - 0,8279	0,00068
0,6649 - 0,6773	0,00090	0,8280 - 0,8594	0,00067
0,6774 - 0,6897	0,00088	0,8595 - 0,9245	0,00065
0,6898 - 0,7023	0,00086	0,9246 - 1,0243	0,00063
0,7024 - 0,7164	0,00085	1,0244 - 1,0742	0,00061
0,7165 - 0,7298	0,00083	1,0743 - 1,1241	0,00059
0,7299 - 0,7421	0,00081		

5.7.6 Wynik Za wynik, w wypadku wykonywania oznaczania przez to samo laboratorium, przyjmaj średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników pomiarów nie różniących się między sobą więcej niż o 0,0005

W przypadku wykonywania oznaczania przez dwa różne laboratoria za wynik prawidłowy przyjmaj wynik co najmniej dwóch pomiarów, nie różniących się między sobą więcej niż 0,0012

5.8 Oznaczanie aktywnych związków siarki Próba Doktora (metoda zgodna z IP 30/56)

5.8.1 Zasada metody polega na wytrząsaniu badanego paliwa z roztworem ołowinu sodowego i ze sproszko-

waną siarką oraz na jakościowym stwierdzeniu obecności merkaptanów i siarkowodoru, co objawia się zmianą barwy siarki znajdującej się na granicy faz badanego paliwa i wody lub zmiany barwy którejkolwiek fazy

5.8.2 Przyrządy Cylinder pomiarowy pojemności 50 cm³ zaopatrzony w doszlifowany korek szklany

5.8.3 Odczynniki i roztwory

a) Ołowiń sodowy (Na_2PbO_2), roztwór przygotowany w następujący sposób: 25 g krystalicznego octanu ołowianego $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 200 cm³ destylowanej wody i przefiltrować. Do przefiltratu dodać 60 g wodorotlenku sodowego w 100 cm³ wody destylowanej. Całość ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 30 min, po czym rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 1 dm³

Roztwór przechowywać w szczelnie zamkniętej butelce. W wypadku, gdy nie jest klarowny, przed każdym użyciem przefiltrować go przez azbest (na tyglu Goocha)

b) Siarka — cz. sublimowana, sprawdzona na nieobecność siarkowodoru próbą Doktora z benzyną lub benzenem nie zawierającymi siarczków

c) Chlorek kadmuowy cz. d. a. (CdCl_2), roztwór zawierający 100 g chlorku kadmu i 10 cm³ 11 N roztworu kwasu solnego w 1 dm³ wody destylowanej

d) Jodek potasu cz. d. a., roztwór zawierający 100 g jodku potasu w 1 dm³ wody destylowanej, świeżo przygotowany,

e) Skrobia, roztwór 5-procentowy świeżo przygotowany

5.8.4. Wykonanie oznaczania. Do cylindra odmierzyć 10 cm³ badanego paliwa i 5 cm³ roztworu ołowinu sodowego. Całość energicznie wytrząsać przez 15 s

Jeżeli w czasie wytrząsania wystąpi opalescencja przechodząca w ciemne zabarwienie, uznać, że badane paliwo zawiera zarówno siarkę merkaptanową, jak i siarkę elementarną

Jeżeli już przy początkowym wytrząsaniu wytrąci się czarny osad, należy uznać, że badane paliwo zawiera siarkowodor

Jeżeli w czasie wytrząsania wytwarza się powoli brunatny osad, może to świadczyć o obecności nadtlenu w badanym paliwie. W tym przypadku należy sprawdzić ich obecność w następujący sposób: badane paliwo wytrząsać, dodając 20% obj. (w stosunku do objętości próbki) zakwaszonego jodku potasu, z dodatkiem kilku kropli roztworu skrobi. Niebieskie zabarwienie warstwy wodnej wskazuje na obecność nadtlenu

Po stwierdzeniu zawartości siarkowodoru, w celu wykrycia merkaptanów usunąć siarkowodor przez silne wstrząsanie badanego paliwa z 5-procentowym roztworem chlorku kadmu. Usunąć osad, a następnie do cylindra dodać małą ilość dokładnie roztartej siarki i całość silnie wytrząsać przez 15 s. Roztwór pozostawić do odstania na 1 min

Jeżeli żółte zabarwienie, występujące przed dodaniem siarki, zmieni się po dodaniu jej na brunatny lub czarny osad, należy uznać, że badany produkt zawiera merkaptany, natomiast nie zawiera siarkowodoru i siarki elementarnej

Badane paliwo wytrzymuje próbę, tzn. nie zawiera siar-

kowodoru, siarki elementarnej, jeżeli barwa siarki lub którejkolwiek fazy nie ulegnie zmianie

Wyniki można podawać oddzielnie dla każdego rodzaju związków siarki jako obecność lub nieobecność ich w badanym paliwie (siarkowodor, nadtlenu oraz siarka merkaptanowa i siarka elementarna)

5.9. Oznaczanie zawartości siarki metodą spalania w lampce (metoda zgodna z IP 107/73)

5.9.1. Zasada oznaczania polega na spalaniu badanego paliwa w zamkniętym systemie przy użyciu lampki wg 5.9.2a) w sztucznej atmosferze składającej się z 70% dwutlenku węgla i 30% tlenu, zabezpieczającej tworzenie się tlenków azotu

Powstające tlenki siarki absorbują się i utleniają do kwasu siarkowego w roztworze wody utlenionej, z którego usuwa się dwutlenek węgla przez przedmuchiwanie powietrzem

Siarkę jako siarczan oznacza się przez miareczkowanie roztworem wodorotlenku sodowego w obecności wskaźnika purpury metylowej

5.9.2. Przyrządy

a) Lampka ze szkła chemicznie odpornego (rys 13) składająca się z kolbki stożkowej 1 pojemności 25 cm³, z dwoma szklanymi haczykami na zewnątrz i palnika 2 (rys 14) składającego się z dwu centrycznie osadzonych szklanych rur

Palnik ma trzy małe szklane kulki osadzone szczelnie w przestrzeni między zewnętrzną a wewnętrzną rurą

Palnik ma szlify do połączenia z kolbką i kominkiem

Palnik u podstawy powinien mieć otwór o średnicy 1 mm do wyrównania ciśnienia między kolbką a kominkiem. Gdy lampka połączona jest z kominkiem, należy dodatkowo wzmocnić jej połączenie sprężynkami metalowymi lub gumowymi (zaczepionymi między haczykami kolbki a haczykami kominka)

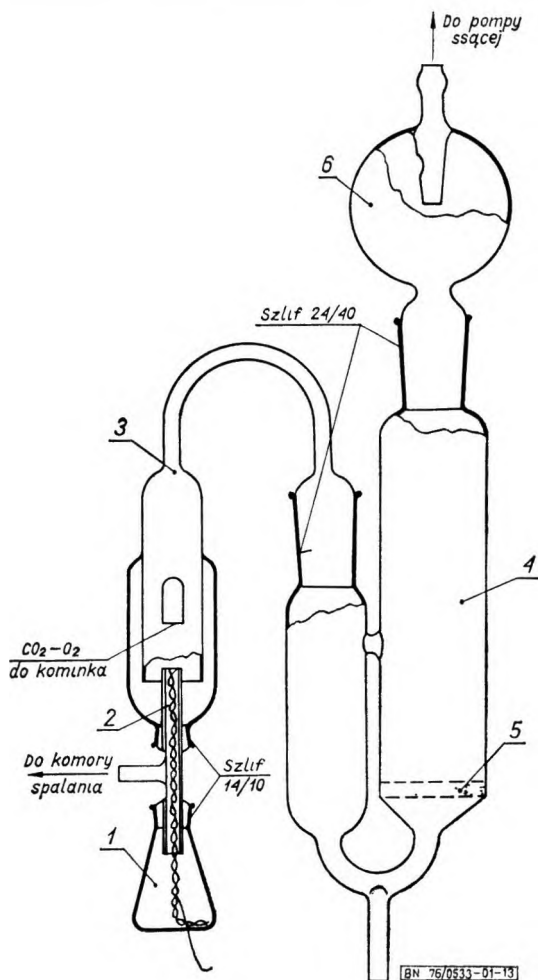
b) Kominek ze szkła chemicznie odpornego 3 (rys 13 i 14) zaopatrzony w szlify stożkowe do połączenia z palnikiem i pochłaniaczem

c) Pochłaniacz ze szkła chemicznie odpornego 4 (rys 14) zaopatrzony w szlify stożkowe do połączenia z kominkiem i pochłaniaczem kropel oraz z podporką ze szklanego pręta. W większym ramieniu absorbenta wtopiona jest płytka szklana ze szkła spiekanego 5 z otworami 150 do 200 oczek/cal. Porowatość tego krążka powinna być taka, aby po wlewu do pochłaniacza 50 cm³ wody i przepuszczaniu powietrza z natężeniem 3 dm³/min od kominka do pochłaniacza, różnica ciśnień między dwoma częściami pochłaniacza wynosiła 15–23 cm słupa H₂O przy równomiernym rozpraszaniu powietrza

d) Pochłaniacz kropel 6 ze szkła chemicznie odpornego, zaopatrzony w szlify stożkowe do połączenia z pochłaniaczem (rys 13 i 14)

e) Zestaw doprowadzający z butli mieszanek gazową CO₂+O₂ do lampki, przykładowo podany na rys 15, który składa się z

– rozdzielacza próżniowego połączonego z pompą próżniową zapewniającą stałe natężenie gazu 3 dm³/min



Rys 13

przez każdy pochłaniacz i utrzymując stałe ciśnienie w całym zestawie na wysokości 400 mm H₂O poniżej ciśnienia atmosferycznego,

– urządzenia regulującego przepływ doprowadzanych gazów z dwoma zaworami kontrolnymi 1-stopniowymi, za pomocą których należy ustalić ciśnienie gazów 0,70 ± 0,15 kG/cm² i zapewnić stałe ciśnienie na regulujących przepływ zaworach iglicowych,

– podgrzewacza zainstalowanego przed zaworami kontrolnymi, do ogrzania dwutlenku węgla (aby zapobiec zamarzaniu zaworów),

– płuczki pojemności 1 dm³, mającej w dolnej części płytkę ze szkła spiekanego, zawierającej 300–400 cm³ 1,5-procentowego roztworu wody utlenionej,

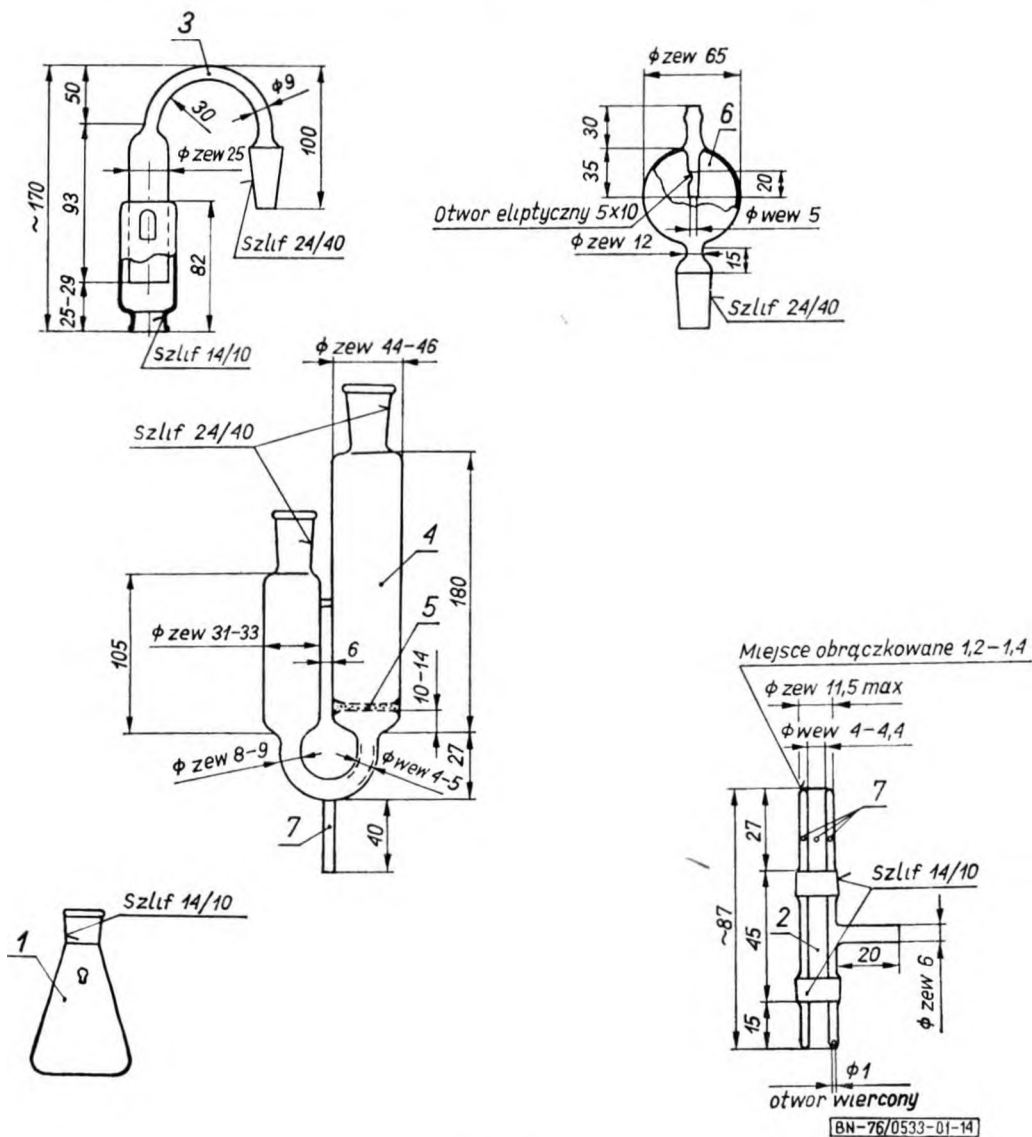
– 2 przepływomierzy do mierzenia stosunku mieszanych gazów w zbiorniku wstępnym

Mieszanka gazów doprowadzana do kominka lampki powinna być utrzymywana przy stałym ciśnieniu 1–2 cm słupa H₂O i powinna być doprowadzana do palnika pod ciśnieniem około 2 cm słupa H₂O

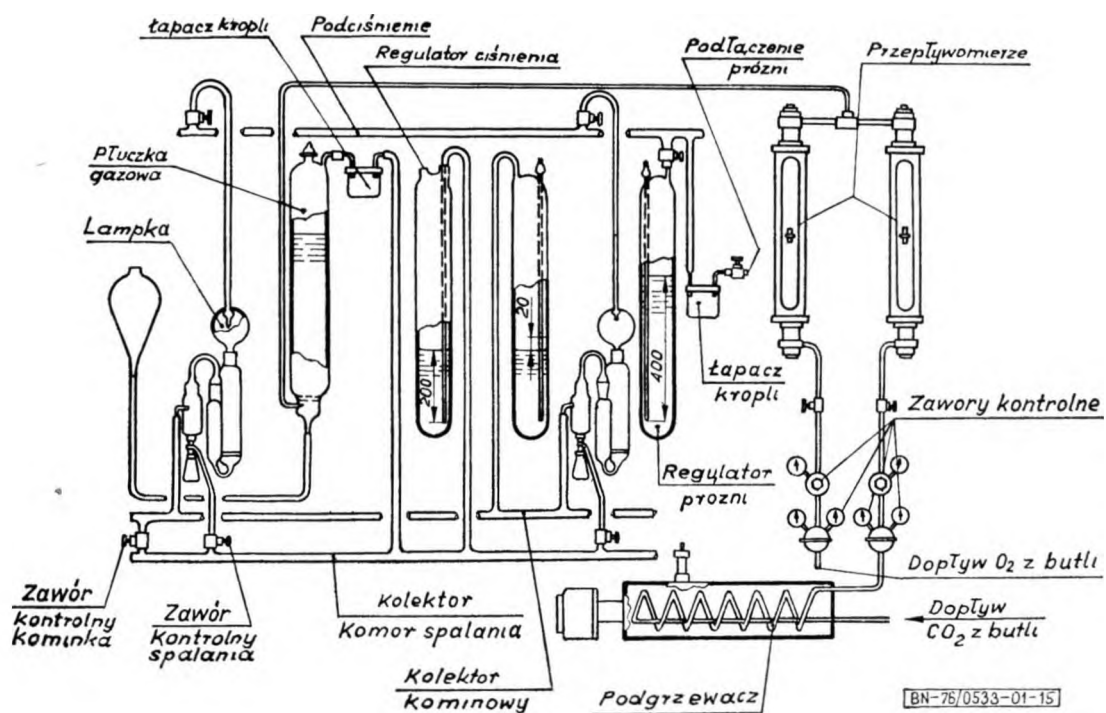
Rurki łączące kolektor kominowy z kominkami lampek powinny mieć wewnętrzną średnicę nie mniejszą niż 6,4 mm

Płuczka gazowa powinna mieć pojemność 1 dm³

Do zestawu można zamontować dowolną ilość lampek, z tym że należy ustalić wtedy odpowiednią pojemność przepływu przepływomierzy



Rys 14



Rys 15

f) Knot bawełniany czysty, o długim cienkim splocie, dobrej handlowej jakości

5.9.3. Materiały i odczynniki

a) Tlen (O_2), o czystości 99,5%, sprawdzony wg 5.9.4.1
b) Dwutlenek węgla (CO_2) o czystości 99,5% sprawdzony wg 5.9.4.1

c) Kwas solny cz.d.a. (HCl), roztwór 1:10, otrzymany przez zmieszanie 1 objętości stężonego kwasu solnego (1:19) z 10 objętościami destylowanej wody

d) Woda destylowana o odczynie obojętnym wobec stosowanego wskaźnika

e) Woda utleniona — roztwór 1:19 — przygotowany przez zmieszanie 1 objętości perhydrolu (H_2O_2 30%) z 19 objętościami wody destylowanej. Przechowywać w ciemnej butelce z korkiem szklanym

f) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór zawierający 100 g NaOH w 1 dm³ wody destylowanej

g) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,05 N, mianowany kwasem solnym wg c) wobec purpury metylowej. Przechowywać w butelce ze szkła odpornego na działanie wodorotlenku i zabezpieczonej przed dostępem dwutlenku węgla i powietrza. Do połączenia między butelkami a biurkami stosować węże z czystej gumy

5.9.4. Przygotowanie do oznaczania

5.9.4.1. Sprawdzanie czystości tlenu i dwutlenku węgla. Dla każdej serii próbek poddawanych spalaniu przygotować dodatkowy pochłaniacz dla ślepej próby, wlewając do większej części pochłaniacza 30 ± 2 cm³ świeżo zobojętnionego roztworu wody utlenionej (1:19). Kominiek pochłaniacza zamknąć korkiem i przepuszczać strumień mieszaniny $CO_2 + O_2$ przez ten pochłaniacz, aż do spalania się wszystkich próbek. Wtedy zamknąć dopływ $CO_2 + O_2$ i przedmuchać go powietrzem wg 5.9.5. Następnie miareczkować zawartość pochłaniacza wg 5.9.5 i w przypadku gdy do miareczkowania ślepej próby użyje się więcej niż 0,1 cm³ 0,05 N roztworu wodorotlenku sodowego, należy wymienić butlę z CO_2 i powtórzyć oznaczanie

5.9.4.2. Przygotowanie wody utlenionej. Roztwór wody utlenionej (1:19) zobojętnić bezpośrednio przed użyciem w następujący sposób: pobrać wodę utlenioną w takiej ilości, aby można było wlać do każdego pochłaniacza 30 cm³ wody utlenionej i dodać 1 kroplę wskaźnika purpury metylowej na każde 100 cm³ wody utlenionej, a następnie dodawać kroplami 0,05 N roztwór wodorotlenku sodowego, aż do zmiany barwy purpurowej na jasnozieloną

5.9.4.3. Przygotowanie aparatu do oznaczania. Aparat zestawiać jak na rys. 15, przy czym przy pierwszym oznaczaniu napełnić pochłaniacz 30 ± 2 cm³ wody

Do płuczki wlać 300–400 cm³ roztworu 1,5-procentowej wody utlenionej

Ponieważ manometr rozdzielacza przy końcu oznaczania spełnia funkcję płuczki w celu usunięcia dwutlenku węgla z pochłaniacza, należy zastosować jako ciecz manometryczną 1,5-procentowy roztwór wody utlenionej (H_2O_2)

Ustalić zaworami między rozdzielaczem próżniowym i pochłaniaczem kropli natężenie przepływu mieszanki gazowej na 3 dm³/min przez każdy pochłaniacz przy otwartych wylotach kominika i ciśnienie w całym zestawie na wysokości około 40 cm słupa H_2O poniżej ciśnienia atmosferycznego

Po ustaleniu natężenia przepływu mieszanki gazowej usunąć wodę z absorbera

Następnie do pochłaniacza pobrać po 30 ± 2 cm³ świeżo zobojętnionego wg 5.9.4.2 roztworu wody utlenionej. Dla każdej serii próbek poddawanych spalaniu przygotować dodatkowy pochłaniacz do ślepej próby. Nałożyć pochłaniacz kropli i kominiek i połączyć je z zestawem doprowadzającym mieszaninę gazową za pomocą węży z gumy bezsiarkowej. Zamknąć wloty kominika korkami

Przy zamkniętych zaworach kontrolnych palnika i w pełni otwartym zaworze do regulowania próżni i ustalonym ciśnieniu rozdzielacza próżniowego na wysokości 40 cm słupa H_2O poniżej ciśnienia atmosferycznego otworzyć ostrożnie doprowadzenie mieszanki gazowej $CO_2 + O_2$

Zaleca się zainstalowanie odpowiedniego urządzenia kontrolnego, aby zapobiec ewentualnym przerwom w dopływie CO_2 , gdyż w przypadku gdy tlen nadal będzie dopływał w czasie spalania, może nastąpić wybuch

Zawór kontrolny kolektora kominowego ustawić tak, aby przy wymaganym natężeniu przepływu przez pochłaniacz tylko mały strumień mieszanki $CO_2 + O_2$ przechodził przez rozdzielacz próżni, a ciśnienie w kolektorze kominowym utrzymywało się 1–2 cm słupa H_2O

Knot do oznaczania przygotować w następujący sposób: knot pociąć na odcinki długości 30 cm, które złożyć tak, aby uzyskać wiązkę długości 15 cm do wprowadzenia do palnika. Wcisnąć knot do rurki knotowej za pomocą metalowego haczyka, po czym obciąć go nożyczkami równo z brzożem rurki

Do każdego oznaczania należy używać nowych knotów, po czym palnik powinien być dokładnie wyczyszczony

5.9.4.4. Kontrolne spalanie. Zapalić knot i doprowadzić mieszaninę gazową do palnika tak, aby otrzymać niekopący płomień. Po osiągnięciu stanu równowagi w ciągu 1–2 min, zwiększyć płomień bez spowodowania kopcenia. Badana próbka powinna palić się tak długo, aż kolbka i knot będą suche, a płomień ulegnie znacznemu zmniejszeniu. Wtedy płomień zgasić

W przypadku obecności siarki elementarnej jest szczególnie ważne, aby spalić próbkę do suchości i aby knot był utrzymywany na poziomie górnego brzożu rurki

5.9.5. Wykonanie oznaczania. Do kolbek (lamp-k) wprowadzić po 10 g badanego paliwa zwazzonego z dokładnością do 0,005 g, po czym zamknąć je ponumerowanymi korkami, do których wprowadzić palniki

Gdy badane paliwo osiągnie (działaniem sił kapilarnych) górny koniec kłota, połączyć boczną rurkę palnika z kolektorem komory spalania węzłem z gumy nie zawierającej siarki. Zapalić palnik płomieniem bezsiarkowym, np. lampką spirytusową i wstawić do kominika

Równocześnie uregulować dopływ gazu do palnika tak, aby płomień palił się bez kopcenia równym płomieniem, zachowując warunki podane w 5 9 4 4

Przy końcu spalania, gdy płomień maleje, zmniejszyć dopływ mieszanki do palnika

Po zakończeniu palenia usunąć palnik i kolbkę z kominka, zgasić płomień, zamknąć dopływ mieszanki $\text{CO}_2 + \text{O}_2$ do palnika, zakorkować otwór kominka, zamknąć zawór kontrolny kominka oraz połączenie z rozdzielaczem próżni. Spowoduje to wciągnięcie powietrza poprzez manometr do kolektora kominowego. Przepuszczać powietrze przez pochłaniacz przez 5 min w celu usunięcia rozpuszczonego dwutlenku węgla z wody utlenionej, a następnie zamknąć zawór kontrolny rozdzielacza próżni

Kominiek i pochłaniacz kropeł przemywać 3-krotnie wodą, porcjami po 10 cm^3

Roztwory z przemycia dodać do pochłaniacza i całość miareczkować w mniejszej części pochłaniacza w obecności 3–4 kropli wskaźnika purpury metylowej $0,05 \text{ N}$ roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy z purpurowej na jasnozieloną

Jeżeli przewidywana ilość siarki w badanym paliwie jest mniejsza niż 10 mg , użyć biurety pojemności 10 cm^3

W czasie miareczkowania mieszać, zasysając powietrze od czasu do czasu przez górną większą część pochłaniacza

W wypadku gdy badane paliwo nie spali się całkowicie, powietrze zassane z pochłaniacza w czasie miareczkowania będzie wykazywało charakterystyczny zapach lub smak, a końcowy punkt miareczkowania będzie szeroki. W tym wypadku należy wynik oznaczania odrzucić

Zawartość siarki (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = 0,01603 \frac{V}{m} \cdot 100 \quad (18)$$

w którym

V — objętość $0,05 \text{ N}$ roztworu wodorotlenku sodowego, zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

m — odważka badanego produktu, g,

$0,01603$ — ilość siarki odpowiadająca 1 cm^3 $0,05 \text{ N}$ roztworu wodorotlenku sodowego, g/cm^3

5.9 6 Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą, w wypadku tego samego wykonawcy i aparatu, więcej niż o $0,005\%$, a w wypadku różnych wykonawców i aparatów więcej niż o wartości (X_1) obliczone wg wzoru

$$X_1 = 0,010 + 0,025 X \quad (19)$$

w którym X — zawartość siarki oznaczona wg 5 9 5, %

5 10 Oznaczanie stabilności termicznej (metoda zgodna z IP 197/71)

5 10.1. Określenia Oznaczanie stabilności termicznej paliwa — wskaźnik stopnia osadzania się produktów rozkładu termicznego paliwa w układzie zasilania w lotniczych silnikach turbospalinowych w czasie ich eksploatacji na poszczególnych elementach układu paliwowego

5.10.2 Zasada oznaczania polega na poddaniu badanego paliwa działaniu wysokiej temperatury w warunkach

zbliżonych do tych, jakie mają miejsce w lotniczych silnikach turbospalinowych i określeniu powstałych osadów na ogrzanym filtrze na podstawie spadku ciśnienia paliwa po przejściu przez ten filtr oraz na ocenie według wzorców barwnych osadów osadzonych w rurze testowej w podgrzewaczu

To dwie wartości dają ocenę stabilności termicznej paliw

5 10.3 Aparatura

5 10 3.1 Aparat do oznaczania stabilności termicznej paliw (ASTM, CRS Fuel Coker — model 01 FC ręcznie sterowany lub model 02 FC półautomatyczny z urządzeniem do automatycznej regulacji temperatury podgrzewacza i filtra lub model 03 FC automatyczny z urządzeniem do automatycznej regulacji przepływu paliwa)

Wszystkie 3 modele aparatu działają na tej samej zasadzie

Na rys 16 przykładowo podano schemat aparatu półautomatycznego, w skład którego wchodzi

— zbiornik na paliwo, szklany lub metalowy (aluminium) lub ze stali nierdzewnej cynowanej lub z żelaza (bez śladów rdzy), pojemności nie mniejszej niż 25 dm^3 , zamknięty pokrywą z otworem odpowietrzającym, zbiornik powinien być uziemiony,

— rura do połączenia zbiornika z właściwym aparatem, ze stali nierdzewnej lub aluminiowej, rura do pobierania paliwa powinna być umieszczona w zbiorniku tak, aby paliwo było pobierane blisko dna zbiornika,

— rura boczna służąca do regulacji ciśnienia paliwa ze stali nierdzewnej lub z aluminium, przez którą paliwo jest zwracane do zbiornika, rura ta powinna być tak pomysłana, aby wykluczyć syfonowanie paliwa podczas opróżniania regulatora przed i po każdym oznaczeniu,

— główna pompa paliwowa 1,

— zawór regulujący ciśnienie paliwa 2,

— rura spustowa regulatora wyposażonego w mały kurek spustowy 3,

— filtr 4

— przepływomierz 5 zapewniający pomiar natężenia przepływu paliwa do $3,6 \text{ kg/h}$,

— podgrzewacz 6, składający się z dwóch aluminiowych rur (zewnątrznej i wewnętrznej), z komory wlotowej a i wylotowej b oraz elementu grzejnego i termoelementu umieszczonego w komorze wylotowej b , obydwie rury powinny być osadzone między komorą wlotową i wylotową i powinny być utrzymane współśrodkowo za pomocą uszczelki teflonowej przy połączeniu z komorą wlotową i za pomocą tulejki metalowej przy połączeniu z komorą wylotową, element grzejny znajdujący się w wewnętrznej rurze podgrzewacza powinien ogrzewać paliwo przepływające w przestrzeni między dwoma współśrodkowo ułożonymi rurami,

— ogrzewany zestaw filtra 7 (rys 16 i 17) składający się z obudowy filtra ze stali nierdzewnej, z dwóch wypustów z brązu, do których przymocowane są elementy grzejne oraz z filtra testowego,

— zawory ciśnieniowe przed i po filtrze, które są połączone z manometrem rtęciowym umieszczonym w przed-

niej scianie, który wskazuje spadek ciśnienia na filtrze w czasie oznaczania,

— automatyczne regulatory temperaturowe 12, (rys 16), tj. pirometryczne regulatory wskaźnikowe znajdujące się w przedniej scianie, do regulowania temperatury podgrzewacza i filtra,

— wyłącznik działający na podstawie różnicy ciśnień, wmontowany między dwoma ramionami manometru, którego zadaniem jest wyłączenie aparatu, gdy spadek ciśnienia na filtrze 7 osiągnie 26 cali Hg (660 mm Hg), wyłącznik ten zapobiega przedostaniu się rtęci do układu paliwowego,

— zawory bezpieczeństwa ciśnieniowe do regulacji dolnej i górnej granicy natężenia przepływu paliwa, które są połączone z manometrem i tak regulowane, że wyłączają aparat gdy ciśnienie w układzie paliwowym przekroczy 11 kG/cm² lub spadnie poniżej 10 kG/cm²,

— zawory elektryczne bezpieczeństwa, do zabezpieczenia silnika pompy i grzejnika,

— układ elektryczny (rys 18),

— mechanizm zegarowy, dopuszcza się stosowanie zegarka lub sekundomierza o dokładności pomiarów $\pm 0,5$ min,

— chłodnica wodna 8 (rys 16) do chłodzenia paliwa ogrzanego w podgrzewaczu i komorze filtra do temperatury $20 \pm 2^\circ\text{C}$,

— zbiornik do wody wyciekającej z chłodnicy,

— filtr 9, chroniący zawór iglicowy 10 przed zanieczyszczeniami powstałymi w ogrzewanej części aparatu,

— zawór iglicowy 10, regulujący natężenie przepływu paliwa,

— watomierze 11, do regulacji temperatury, nie pozwalające na przekroczenie wymaganej temperatury podczas ogrzewania,

— zbiornik — odbieralnik do zużytego paliwa z materiału takiego jak na paliwo,

— zbiornik do ścieków z materiału takiego jak na paliwo, znajdujący się w dolnej części pod podgrzewaczem i komorą filtra

5.10 3 2. Pozostałe przyrządy

a) Przyrząd do oceny osadów w rurze testowej w podgrzewaczu, ze źródłem światła i ze statywem do umieszczenia wzorców barwnych oraz z uchwytem do trzymania rury podgrzewacza

b) Wzorce barwne ASTM do oceny osadów w rurze testowej w podgrzewaczu (ASTM) Standard Colour Tube Deposit Rating, sporządzone z barwnych pasków aluminiowych osadzonych w oprawie plastikowej

c) Urządzenie do cechowania przyrządu wskazującego różnicę ciśnień, składające się z zaworu iglicowego, który można podłączyć do zestawu filtra. Spadek ciśnienia na zaworze jest taki jak na filtrze i dlatego może on służyć do cechowania i nastawiania przyrządu mierzącego różnicę ciśnień

d) Rurka ze szkła spiekane odporna na wysoką temperaturę z pyreksu, np. Corning Glass No 39533 Extra Coarse Disk lub innego, zapewniającego wymaganą czystość do nasycania powietrzem badanego paliwa na początku każdego oznaczania

e) Uchwyt do unieruchomienia podgrzewacza zestawu filtra w czasie czynności zestawienia całości aparatu

f) Szczotki nylonowe do czyszczenia podgrzewacza

g) Szczotki z drutu ze stali nierdzewnej do oczyszczenia zestawu filtra

h) Komplet narzędzi i kluczy do łączenia poszczególnych części aparatu

i) Karty wykresowe do zapisywania różnicy ciśnień

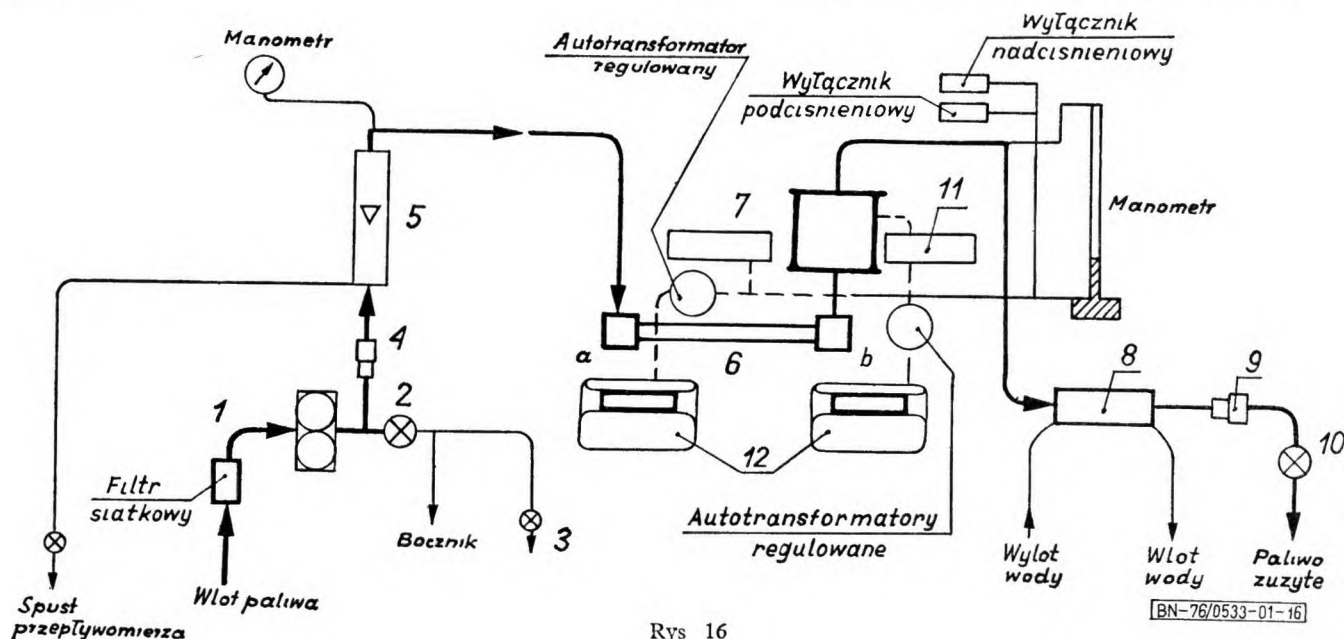
j) Płytki ze szkła — wzorcowa, odpowiednio zamocowana do sprawdzenia prostoliniowości rur podgrzewacza

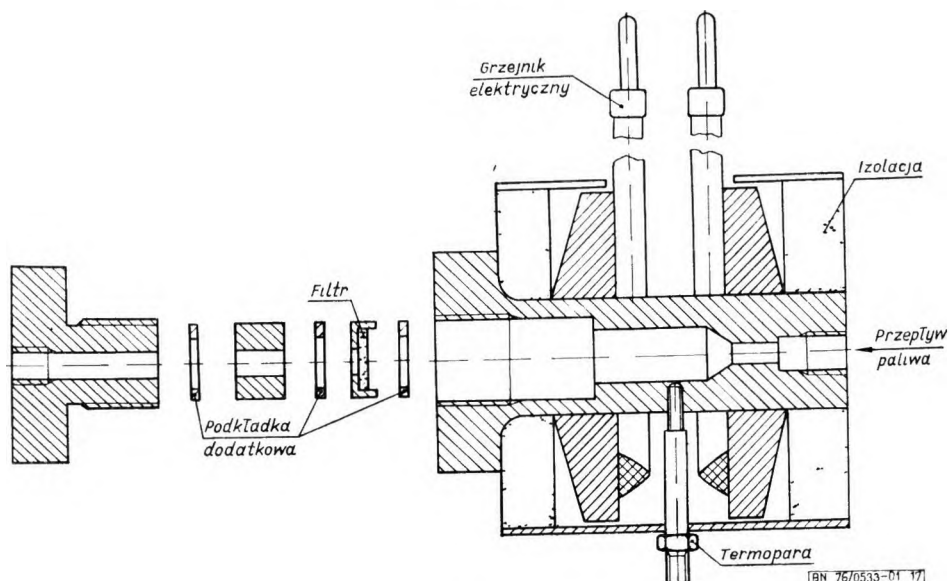
k) Gasnice śniegowe

5.10.4. Materiały i rozpuszczalniki

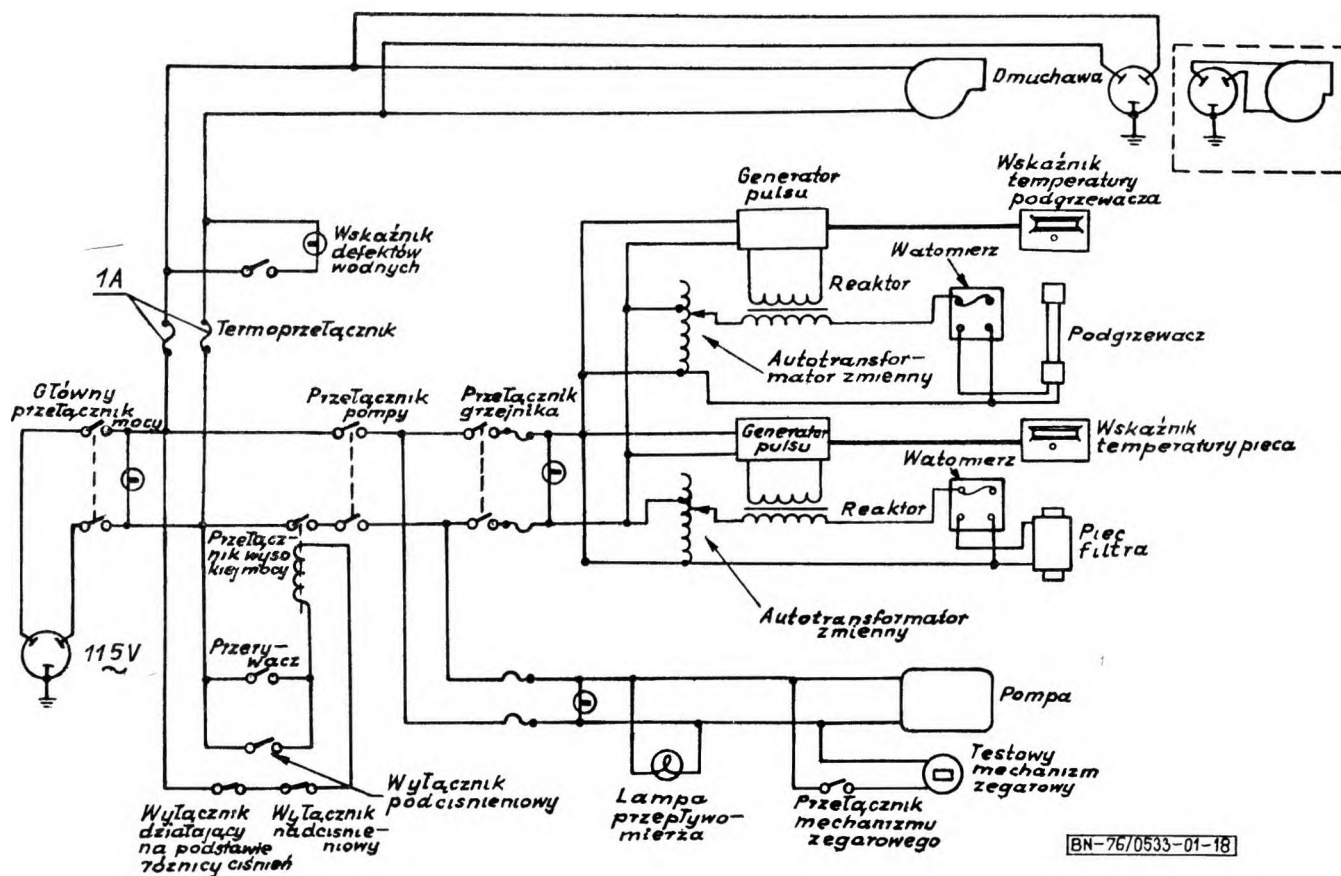
a) Płyn do polerowania powierzchni metalowych SILVO LIQUID SILVER POLISH

b) Molykote Type G — substancja o konsystencji smaru (w skład której wchodzi dwusiarczek molibdenu), do zapobiegania spiekaniu się poszczególnych części aparatu





Rys 17



Rys 18

c) Rozpuszczalnik trojskładowy mieszanina toluenu-acetonu-alkoholu izopropylowego (99%) w jednakowych stosunkach objętościowych do przemywania aparatu po każdym oznaczeniu

d) Rozpuszczalnik Stoddard do przemywania aparatu po każdym oznaczeniu

e) Pentan lub heksan do suszenia osadów w rurze testowej w podgrzewaczu

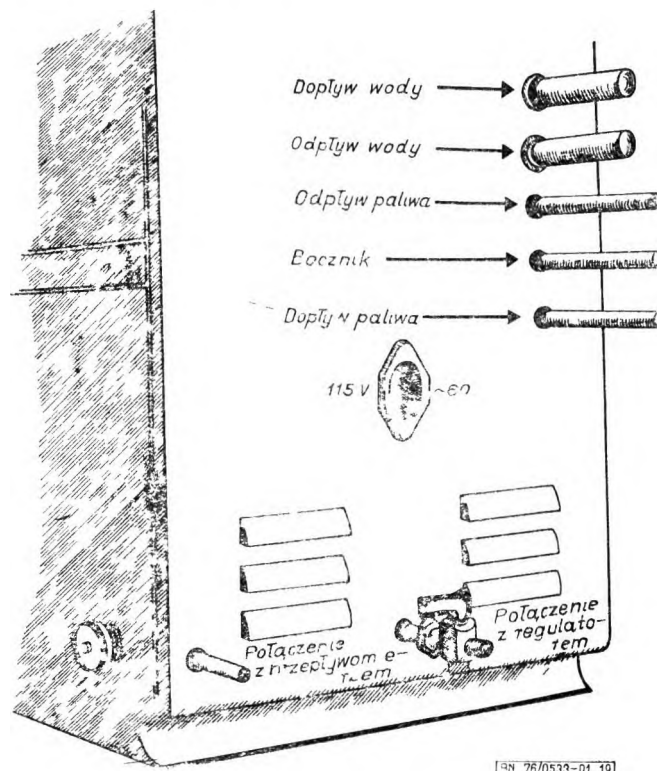
f) Bibuła do sączenia Whatmann nr 2V

5.10.5. Przygotowanie do oznaczania

5.10.5.1 Przygotowanie aparatu

a) **Ogólne wytyczne** Przed oznaczaniem należy dokładnie sprawdzić wszystkie połączenia w celu zapewnienia szczelności aparatu i drożności poszczególnych przewodów. Do chłodnicy paliwowej 8 (rys 16) włączyć dopływ wody, przy czym należy zastosować przewody wodne takie, aby zapewniły natężenie przepływu wody około $10 \text{ dm}^3/\text{min}$

Podłączyć przewód wlotowy i wylotowy wody do przedłużaczy rur znajdujących się po prawej stronie obudowy aparatu (rys 19) Wodę z chłodnicy odprowadzić do zbiornika do wody wyciekającej wg 5 10 3 1



Rys 19

Aparat połączyć kablem ze źródłem prądu

Ze względu na to, że po połączeniu aparatu ze źródłem prądu, nawet przy wyłączonych przełącznikach, końcówki doprowadzające prąd mogą być pod napięciem, należy wszystkie czynności wewnątrz aparatu wykonywać po wyłączeniu źródła prądu

Zbiornik paliwowy ustawić powyżej wylotu pompy 1 Zbiornik powinien być ochładzany lub ogrzewany tak, aby temperatura paliwa wynosiła 15–25°C, co ułatwi utrzymanie stałego natężenia przepływu

W wypadku gdy do tego celu stosuje się węzownicę, nie może być ona wykonana z miedzi

Sprawdzić zawory bezpieczeństwa elektryczne, które zabezpieczają silnik pompy paliwowej i grzejniki

Sprawdzić zawory bezpieczeństwa ciśnienia i nastawić na dolne graniczne ciśnienie paliwa — około 10 kg/cm² (z dokładnością do około 0,3 kg/cm²) przez obrót gałki znajdującej się na zewnętrznej stronie aparatu i na górne graniczne ciśnienie około 11 kg/cm² (z dokładnością do 1,75 kg/cm²) przez obrót małego pokręćła znajdującego się na zewnętrznej stronie aparatu

Wycechować automatyczne regulatory temperatury tak, aby wskazywały rzeczywistą temperaturę W tym celu połączyć podwójną termoparę podgrzewacza z potencjometrem i śrubą regulującą umocowaną w środku tarczy aparatu, ustawić wskazówkę wskaźnika tak, aby wskazywała rzeczywistą temperaturę

Napełnić manometr rtęcią tak, aby wskazywał podziałkę 0 cali słupa Hg

b) Przemycanie aparatu Wmontować podgrzewacz zawierający wewnętrzną rurę i mały zawór iglicowy w miejsce elementu grzejnego filtra

Otworzyć mały zawór iglicowy i napełnić zbiornik około 4 dm³ przesączonego rozpuszczalnika wg 5 10 4c), włączyć pompę i ustalić natężenie przepływu rozpuszczalnika 3,6 kg/h

Po 5 min przemycania oczyścić przewody manometru przez ostrożne zamykanie i otwieranie zaworu iglicowego tak długo, aż wahania ciśnienia będą w granicach 0–25 cal Hg Czynności czyszczenia manometru powtarzać tak długo, aż rozpuszczalnik w manometrze będzie czysty Następnie przemycać aparat dalej, aż rozpuszczalnik zostanie całkowicie zużyty, wtedy powtórzyć czynności przemycania, stosując 4 dm³ rozpuszczalnika Stoddard Po odprowadzeniu całej ilości rozpuszczalnika Stoddard, należy przyjąć, że aparat jest czysty i gotowy do oznaczania

W wypadku gdy aparat został zanieczyszczony produktami rozkładu paliwa niestabilnego, zaleca się przemycać dodatkowo aparat mieszaniną toluen-aceton-alkohol izopropylowy

Czynności przemycania zaleca się wykonywać bezpośrednio po wykonaniu oznaczania, gdyż wtedy przemycanie daje lepsze rezultaty

W wypadku gdy aparat był przemity bezpośrednio po wykonaniu oznaczania, nie należy go przemycać przed oznaczaniem pod warunkiem, że czas między przemyciem a wykonaniem oznaczania nie przekroczył kilku dni

c) Czyszczenie podgrzewacza i filtra Rozebrać podgrzewacz oraz poszczególne części zestawu filtra (z wyjątkiem oprawy zawierającej termoparę) i zanurzyć wszystkie części w mieszaninie toluen-aceton-alkohol izopropylowy Wszystkie dostępne wgłębienia wewnętrzne czyszczyć szczotką nylonową lub drucianą zamoczoną w mieszaninie toluen-aceton-alkohol izopropylowy

Następnie przemycać poszczególne części kolejno, mieszaniną toluen-aceton-alkohol izopropylowy, rozpuszczalnikiem Stoddard, a następnie pentanem lub heksanem

Bezpośrednio przed zestawieniem poszczególnych części sprawdzić ich czystość

Nie jest konieczne przed każdym oznaczaniem całkowite rozmontowywanie podgrzewacza i zestawu filtra

d) Przygotowanie rury podgrzewacza Sprawdzić czy rura podgrzewacza jest prosta, przez toczenie jej po płycie szklanej wg 5 10 3 2j)

Odrzucić rurę, która wykazuje uszkodzenie, zadrapania, wyszczerbienie, rysy lub inne defekty Odrzucić również rurę, która wykazuje wygięcia większe niż 0,13 mm, co sprawdzić również na płycie za pomocą szczeliniomierza Rurę spełniającą wymagania czyszczyć następująco: czystą i suchą szmatką zwilżoną płynem Silvo, który przed użyciem energicznie wytrząsnąć i czyszczyć nim całą wewnętrzną powierzchnię rury podgrzewacza aż do lustrzanego połysku Nowe rury powinny być polerowane w taki sam sposób,

jak i używane Bezpośrednio przed następną czynnością wypolerowane rury osuszyć

Czystą i suchą szmatkę nasycić przesączonym rozpuszczalnikiem (toluen-aceton-alkohol izopropylowy) i przecierając nią ostrożnie usunąć całkowicie ślady płynu do polerowania Silvo pozostałe na rurze

Wyrzucić szmatkę po zakończeniu przemywania Osuszyć rurę przez wytarcie suchą szmatką

Czynności przemywania rozpuszczalnikami (toluen-aceton-alkohol izopropylowy) oraz suszenie rury powtarzać dwukrotnie

Przemyć rurę przesączonym rozpuszczalnikiem Stoddard (bez przecierania), a następnie przesączonym pentanem (heksanem) również bez przecierania

Umieścić rurę do wysuszenia na czystej suchej szmatce i pozostawić ją na powietrzu do wysuszenia Po wysuszeniu lekko przetrzeć powierzchnię rury tkaniną używaną do przyrządów optycznych Obejrzeć rurę w przyrządzie wg 5 10 3 2a) i jeżeli powierzchnia wykazuje zmatowienie lub plamy, powtórzyć czynności przemywania rury rozpuszczalnikami Stoddard i pentanem Jeżeli po drugim przemyciu nie stwierdzi się w przyrządzie wg 5 10 3 2a) lustrzanej powierzchni, powtórzyć czynności czyszczenia rury od początku

W przypadku gdy w dalszym ciągu nie zostanie osiągnięty wymagany efekt czyszczenia, do oznaczania wziąć nową rurę

e) Zestawienie podgrzewacza i filtra. Umocować czystą wypolerowaną rurę podgrzewacza w aparacie tak, aby wystawała 41,3 mm poza korpus podgrzewacza Najpierw dokręcić nakrętkę łącznika rury od strony ogrzewanej Następnie zacisnąć uszczelkę, która zabezpiecza uszczelkę teflonową od strony nieogrzewanej

Wszystkie śruby i gwinty pracujące w wysokiej temperaturze posmarować smarem Molykote G wg 5 10 4b) Umieścić element grzejny w wewnętrznej rurze podgrzewacza i sprawdzić, czy dotyka ona dna rury

Umieścić nowy nieużywany filtr w obudowie filtra tak, aby strona z aluminiową podkładką oporową była ustawiona w kierunku wlotu paliwa (rys 17)

Zestawić razem czysty podgrzewacz i zestawem filtra

f) Ustalenia regulatorów temperaturowych Ustalić wymaganą temperaturę podgrzewacza oraz filtra przez przekręcenie kontrolnego ramienia regulatora temperatury (czerwona wskazówka)

g) Cechowanie przepływomierza Przepływomierz 5 należy cechować dla każdego badanego paliwa W tym celu należy zwążyć pusty zbiornik — odbieralnik wg 5 10 3 1 i po 10 min przepływu paliwa zwążyć ponownie zbiornik wraz z paliwem Określić masę paliwa w kg i pomnożyć tę wartość przez 6 w celu otrzymania natężenia przepływu paliwa w kg/h Na tej podstawie ustawić przepływomierz na przypuszczalne natężenie przepływu i ponownie sprawdzić po 10 min natężenie przepływu

Czynności sprawdzania powtarzać tak długo, aż uzyska się wymagane natężenie przepływu paliwa $2,7 \pm 0,5$ kg/h

5 10 5 2. Przygotowanie próbki badanego produktu

Badane paliwo przed oznaczaniem należy kilkakrotnie sączyć przez pojedynczą bibulę do sączenia Whatmann nr 2V znajdującą się na uziemionym lejku ze stali nierdzewnej tak długo, aż stwierdzi się wizualnie, że badane paliwo nie zawiera wody ani zanieczyszczeń

Następnie badane paliwo wprowadzić do dokładnie oczyszczonego zbiornika na paliwo wg 5 10 3 1 i wdmuchiwać powietrze nie zawierające oleju i wody rurką ze szkła spiekanego wg 5 10 3 2d) w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ przez 3 min, przy natężeniu przepływu $1-2 \text{ dm}^3/\text{min}$ tak, aby spowodować nieznaczny ruch paliwa

W wypadku gdy badane paliwo było przechowywane pod warstwą gazu obojętnego, należy powietrze wdmuchiwać przez 20 min

5 10 6. Wykonanie oznaczania. Zestawić aparat wg schematu (rys 16) Zamknąć drzwiczki w komorze filtracyjnej Zważyć pusty zbiornik-odbieralnik wg 5 10 3 1 Włączyć zbiornik paliwowy zawierający przesączone i nasyczone powietrzem badane paliwo do układu paliwowego, włączyć prąd i uruchomić pompę przez nastawienie przełącznika na pozycję „włączone”

Ustalić natężenie przepływu paliwa $2,7 \pm 0,05 \text{ kg/h}$ za pomocą ręcznego zaworu iglicowego umieszczonego na przedniej ścianie poniżej wycechowanego przepływomierza 5 wg 5 10 3 1 na wymagane natężenie przepływu Należy uregulować natężenie przepływu paliwa tak, aby było ono równomierne przez cały czas oznaczania

W tym celu w odstępach co 1 h przez cały czas trwania oznaczania sprawdzać natężenie przepływu paliwa

Masę odebranego paliwa przy każdym sprawdzeniu uwzględnić przez obliczanie ostatecznego natężenia przepływu Ciągłe ważenie i częste obliczanie natężenia przepływu jest bardzo wskazane, gdyż jednorazowe ustalenie przepływomierza na wymaganą wartość nie zapewni utrzymania stałego natężenia przepływu w czasie całego oznaczania

Niedopuszczalne jest przyjmowanie średniej wartości natężenia przepływu przez 5 h oznaczania

Włączyć dopływ chłodzącej wody oraz włączyć grzejniki i ustalić temperaturę podgrzewacza na $149^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ oraz filtra na $204,4^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ (400°F), przy natężeniu przepływu paliwa $2,7 \pm 0,05 \text{ kg/h}$

W tym celu włączyć elementy grzejne i nastawić początkową moc podgrzewacza na 296 W, a w filtrze na 223 W

Gdy temperatura podgrzewacza osiągnie 141°C (286°F), tj 8°C (14°F) poniżej wymaganej temperatury, przełączyć podgrzewacz na moc 260 W, a gdy temperatura filtra osiągnie 196°C (385°F), tj poniżej $8,4^\circ\text{C}$ (15°F), a przełączyć na moc 105 W,

Moc początkową regulować za pomocą regulatora automatycznego tak, aby utrzymać wymaganą temperaturę podgrzewacza z dokładnością do $\pm 2,8^\circ\text{C}$ ($\pm 5^\circ\text{F}$), a temperaturę filtra z dokładnością do $\pm 5,5^\circ\text{C}$ (10°F) przez 5 h (300 min)

Równocześnie z ustaleniem wymaganej temperatury

ogrzewania włączyć mechanizm zegarowy lub sekundomierz oraz podłączyć pusty zbiornik – odbieralnik do układu

Gdy zostaną osiągnięte warunki badania, ustalić manometr na 0 cali słupa Hg lub zapisać faktycznie wskazane ciśnienie na manometrze w celu uzyskania punktu odniesienia

Jeżeli początkowe wskazanie manometru różni się od 0, należy odjąć tę wartość od wszystkich następnych wskazań

Zapisywać dane zgodnie z wymaganiami formularza podanego przykładowo, na podstawie rys 20 (wykres zależności zmian ciśnienia od czasu)

$$X = \frac{m}{t} \quad (20)$$

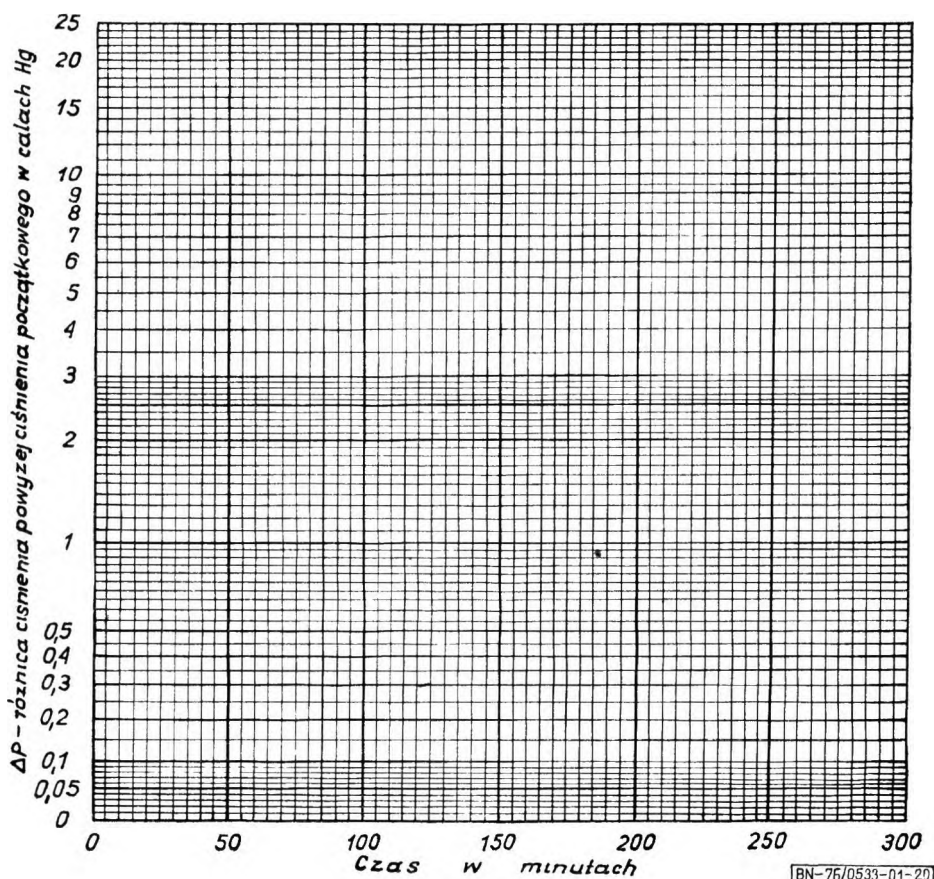
w którym

m – masa paliwa, która przepłynęła w czasie oznaczania, kg,

t – czas oznaczania, h

W wypadku gdy obliczone średnie natężenie przepływu paliwa będzie różniło się więcej niż o $\pm 0,5$ kg/h od wymaganego natężenia przepływu, oznaczanie to należy odrzucić

W wypadku gdy średnie natężenie przepływu będzie zgodne z wymaganym natężeniem przepływu, należy osu-



Rys 20

Po 5 h lub gdy manometr wskaże ciśnienie 26 cali ustawić oba przełączniki elementów grzejnych na pozycji „wyłączono” i przestawić przewód wylotowy paliwa ze zbiornika-odbieralnika do zbiornika zlewek

Utrzymywać nadal przepływ paliwa, aż do ochłodzenia filtra do temperatury $65,5^{\circ}\text{C}$ (150°F). Podczas tego okresu należy stopniowo zmniejszać przepływ paliwa, aby zapobiec gwałtownemu spadkowi ciśnienia na filtrze. Następnie wyłączyć pompę paliwową. Pozostawić główny przełącznik natężenia na pozycji „włączony” w celu utrzymania dmuchawy w ruchu tak długo, aż wszystkie substancje powstałe w czasie oznaczania i nadmiar paliwa zostaną z komory usunięte

Przy końcu oznaczania zważyć zbiornik zawierający zużyte paliwo. Obliczyć średnie natężenie przepływu paliwa (X) w kg/h w czasie oznaczania wg wzoru

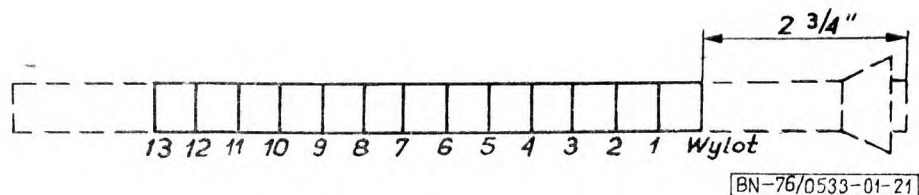
szyc regulator ciśnienia i rozebrać podgrzewacz oraz komorę filtracyjną, po czym wyjąć filtr i wewnętrzną rurę podgrzewacza

Rurę podgrzewacza osuszyć strumieniem pentanu lub heksanu lub przez zanurzenie na kilka sekund w łaźni zawierającej te rozpuszczalniki, a następnie zawiesić pionowo w atmosferze powietrza w miejscu zabezpieczonym od przewiewu. Tę czynność wykonać możliwie natychmiast po zakończeniu badania i wyjęciu podgrzewacza z komory filtracyjnej

5.10.7. Ocena osadów na rurze podgrzewacza.

Oceny rury podgrzewacza dokonywać w czasie nie przekraczającym 30 min od momentu wyjęcia jej z podgrzewacza

Wygląd rury ocenić wizualnie w przyrządzie wg 5.10.3.2a)



Rys 21

Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą o więcej niż podano w tabl 11

Tablica 11

Nazwa wielkości	Powtarzalność	Odtwarzalność
Różnica ciśnienia na filtrze, cale Hg	0,2	0,5
Rodzaj osadu w rurze, w numerach skali wzorcowej	1	2

5 11 Oznaczanie całkowitej zawartości kwasów (metoda zgodna z IP 273/71)

5 11 1 Zasada oznaczania polega na ogrzewaniu badanego produktu z roztworem wodnym alkoholu etylowego pod chłodnicą zwrotną, a następnie oznaczeniu obecnych kwasów (organicznych i nieorganicznych) przez miareczkowanie roztworem wodorotlenku potasowego

5 11 2 Przyrządy

a) Kolba z trzema szyjkami, ze szkła chemicznie obojętnego i odpornego na wysoką temperaturę, pojemności 1 dm³, której połowa dna powinna być pomalowana na kolor biały. Jedna z trzech szyjek kolby powinna być połączona z chłodnicą zwrotną wodną, do drugiej powinno być wprowadzone mieszadło uszczelnione rtęcią, a trzecią połączyć z mikrobiuretą wg b)

b) Mikrobiureta, pojemności 10 cm³, z działką elementarną co 0,02 cm³

c) Cylinder pomiarowy, pojemności 200 cm³

d) Grzejnik elektryczny

e) Mieszadło napędzane elektrycznie lub magnetyczne. W przypadku stosowania mieszadła magnetycznego stosować kolbę z dwoma szyjkami

5 11.3 Odczynniki

a) Wodorotlenek potasowy cz d a, 0,02 N roztwór otrzymany przez rozpuszczenie 1 g stałego wodorotlenku potasowego w kolbie ze szkła chemicznie obojętnego zawierającej 1 dm³ świeżo przygotowanej wody destylowanej. Normalność roztworu oznaczyć z dokładnością do 0,0005 jednostki, miareczkując odwazoną z dokładnością do 0,0002 g odpowiednią ilość kwasnego ftalanu potasowego rozpuszczonego w 100 cm³ wody destylowanej, pozbawionej dwutlenku węgla, używając fenoftaleiny jako wskaźnika. Miano roztworu wodorotlenku potasowego należy sprawdzać

często. Roztwór przechowywać w butelce ze szczelnie doszlifowanym korkiem, zabezpieczającym przed dostaniem się dwutlenku węgla i powietrza do roztworu

b) Alkohol etylowy, roztwór wodny otrzymany przez zmieszanie 95% alkoholu etylowego z wodą destylowaną w stosunku 1:1

c) Fenoloftaleina, 0,01% roztwór alkoholowy

5 11 4 Wykonanie oznaczania Do kolby wlać 100 cm³ wodnego roztworu alkoholu etylowego i dodać 1 cm³ fenoloftaleiny. Uruchomić mieszadło i ogrzewać kolbę pod chłodnicą zwrotną aż do utwożenia się refluksu. Dodawać wtedy 0,02 N roztworu wodorotlenku potasowego z mikrobiurety, aż do zabarwienia się roztworu na jasnorożowy kolor.

Następnie zanotować objętość zużytego roztworu wodorotlenku potasowego (V_A)

Wyłączyć ogrzewanie i powoli wprowadzać 200 cm³ badanego paliwa przez chłodnicę zwrotną. Następnie włączyć ogrzewanie I, ogrzewać kolbę pod chłodnicą zwrotną przez 5 min, a następnie miareczkować 0,02 N roztworem wodorotlenku potasowego do zabarwienia się roztworu na jasnorożowy kolor, utrzymujący się przez 5 min. Zanotować objętość zużytego roztworu wodorotlenku potasowego (V_B)

Całkowitą zawartość kwasów (X) w mg KOH/g obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{56,1 \text{ N } V}{V_1 \rho} \quad (21)$$

w którym

V — objętość 0,02 N roztworu wodorotlenku potasowego, zużytego do miareczkowania badanego produktu, cm³, przy czym $V = V_B - V_A$,

V_1 — objętość badanego paliwa pobranego do oznaczania, cm³ (200 cm³),

ρ — gęstość badanego produktu w temperaturze badania, g/cm³,

N — normalność roztworu wodorotlenku potasowego,

56,1 — ilość mg wodorotlenku potasowego znajdująca się w 1 cm³ 1 N roztworu wodorotlenku potasowego

5 11 5 Wynik Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników, nie różniących się między sobą

— w przypadku powtarzalności — więcej niż o wartości (y) obliczone wg wzoru

$$y = 0,06(x + 0,0068) \quad (22)$$

w którym x = średnia arytmetyczna dwóch wyników liczby kwasowej, mg KOH/1 g, przy czym wartość ta powinna znajdować się w granicach $0,0 \leq x < 0,0416$

— w przypadku odtwarzalności — więcej niż o wartości (y_1) obliczone wg wzor

$$y_1 = 0,34(x + 0,0068) \quad (23)$$

w którym x — jak we wzorze (22)

5.12 Oznaczanie zdolności wydzielania wody z paliwa (wskaźnik wydzielania wody WSIM — metoda zgodna z ASTM D 2550/72)

5.12.1 Określenia Wskaźnik wydzielania wody WSIM — wskaźnik oceniający czystość paliwa pod względem zawartości substancji powierzchniowo czynnych na podstawie łatwości wydzielania wody z paliwa przez koagulację

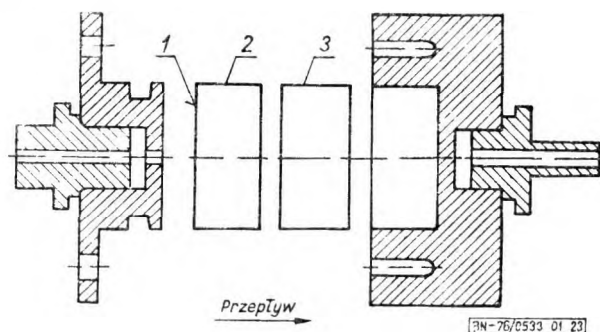
5.12.2. Zasada metody polega na utworzeniu emulsji badanego paliwa z wodą w aparacie ASTM — CRC do pomiaru wydzielonej wody (separatometrze), która przechodzi przez znormalizowany koagulator

Zmętnienie paliwa odpływającego z komory koagulacyjnej jest mierzone przez fotokomórkę, której moc przenoszona na miernik o zakresie skali 0—100 daje ocenę liczbową paliwa. Wartość liczbowa 100 wskazuje na dobre oddzielenie paliwa od wody czyli, że badane paliwo jest czyste (nie zawiera substancji powierzchniowo czynnych)

5.12.3. Aparaty i przyrządy

a) Aparat ASTM-CRC Water Separometer do pomiaru wydzielonej wody — separatometr (rys. 22) Aparat ma 3 zasadnicze części

- część do wytwarzania emulsji,
- komorę koagulacyjną (rys. 23),
- część pomiarową



Rys. 23

b) Strzykawka lekarska, pojemności 2 cm³, z igłą długości 30 cm o zakończeniu kwadratowym i otworem o średnicy 0,03 cm

5.12.4. Materiały i odczynniki

a) Krążki koagulujące w okładzinie 1 (rys. 23) z włókna szklanego, dostarczone przez firmę Emcee Electronics INC. Do każdego oznaczania należy stosować nowe normalizowane krążki koagulujące (grubowłókniste 2 i drobnowłókniste 3)

b) Rozpuszczalnik węglowodorowy do przemywania, nie zawierający substancji powierzchniowo czynnych, o WSIM 98 do 100

c) Alkohol izopropylowy bezwodny, 99%

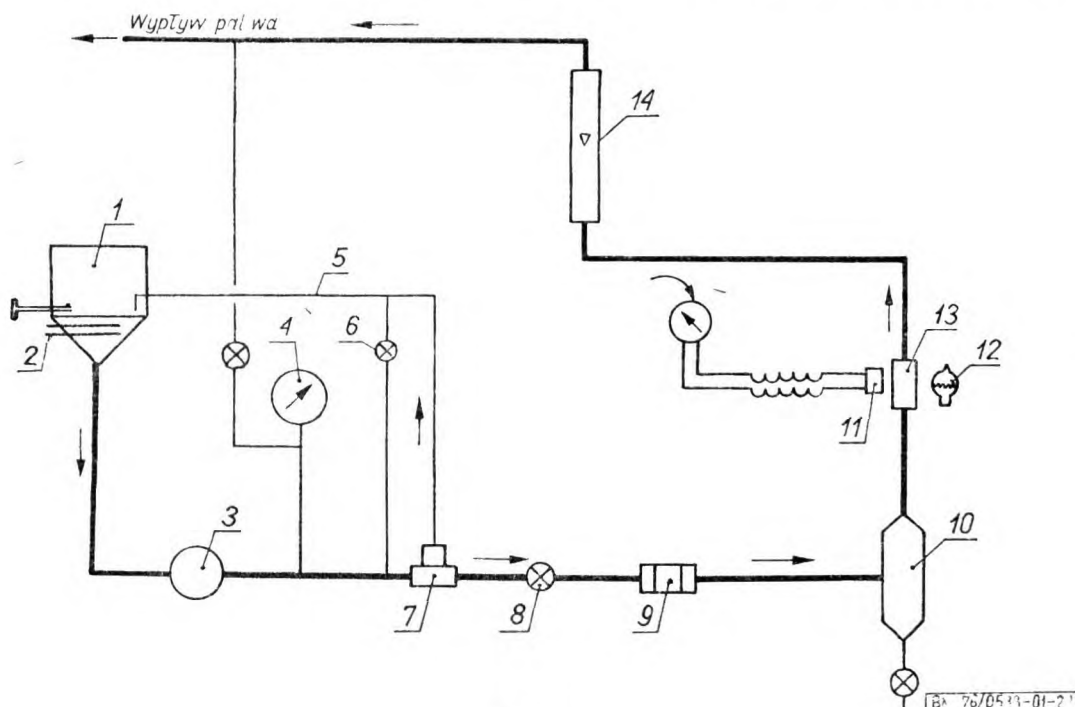
d) Aceton cz. d. a

e) Toleen cz. d. a

5.12.5. Przygotowanie aparatu do oznaczania

a) **Wytężenie ogólne.** W zbiorniku paliwa i części odpływowej wody należy zastosować poduszkę azotową. W tym celu należy odpowiednią rurką połączyć zbiornik paliwa ze źródłem azotu.

Oczyszczyć delikatnie kontakty elektryczne przepływomierza 14 i żarówek świetlnych papierem ściernym



Rys. 22

Sprawdź wydajność pompy 3 przez pomiar natężenia przepływu rozpuszczalnika węglowodorowego zawracanego do zbiornika przy ciśnieniu $7,03 \text{ kG/cm}^2$ i temperaturze $24-27^\circ\text{C}$

Wydajność pompy w tych warunkach powinna wynosić $400 \text{ cm}^3/\text{min}$

Krążki koagulacyjne ustawić tak, aby szczelina między nimi wynosiła $1,588 \pm 0,013 \text{ mm}$ ($0,0625 \pm 0,0005$ cala)

b) Cechowanie przepływomierza W wypadku gdy przepływomierz nie był cechowany, należy go cechować przed czyszczeniem aparatu wg c)

W wypadku gdy aparat jest czysty i cechowanie przepływomierza nie jest konieczne, oznaczanie należy zacząć od przygotowania komory koagulacyjnej wg e)

Cechowanie należy wykonać po osuszeniu aparatu wg d) w następujący sposób: wprowadzić 250 cm^3 badanego paliwa do zbiornika 1 i włączyć pompę 3, powodując cyrkulację paliwa przez 1 min (przy zamkniętym zaworze 6), a następnie osuszyć układ wg a)

Następnie dodać do zbiornika 1 600 cm^3 badanego paliwa o temperaturze $24 \pm 3^\circ\text{C}$ i włączyć pompę 3, powodując krążenie paliwa przez 1 min (przy zamkniętym zaworze 6). Włączyć rurkę plastikową w miejsce komory koagulacyjnej. Zaworem 6 uregulować ciśnienie na $1,41-2,12 \text{ kG/cm}^2$, a następnie otworzyć zawór 8 w celu usunięcia powietrza. Po przejściu dużych pęcherzyków powietrza przez rurkę plastikową zamknąć zawór 6 i kontynuować usuwanie powietrza z układu.

Gdy przepływomierz jest wolny od powietrza, uregulować przepływ paliwa na wartość 20.

Zmierzyć czas wypływu 100 cm^3 badanego paliwa do pomiarowego cylindra.

Powtórzyć pomiar regulacji przepływu paliwa na wartości 16 i 24. Wylączyć pompę. Sporządzić wykres, odkładając na jednej osi ustalone wartości przepływu, a na drugiej odpowiadające im czasy wypływu 100 cm^3 paliwa. Przez znalezione punkty przeprowadzić linię prostą. Odczytać z wykresu natężenie przepływu odpowiadające wypływowi 100 cm^3 paliwa w ciągu 40 s.

c) Czyszczenie aparatu Czyszczenie aparatu należy wykonać po każdym badaniu i cechowaniu przepływomierza.

Wysuszyć układ wg d). Włączyć do zbiornika na paliwo 1 200 cm^3 izopropanolu, a następnie porcję 50 cm^3 izopropanolu za pomocą tryskawki lub plastikowej butelki, przemyć dokładnie wewnętrzne ściany zbiornika. Przy zamkniętych wszystkich zaworach uruchomić pompę, powodując krążenie izopropanolu przez aparat przez 2 min.

Zaworem 6 uregulować ciśnienie na $5,63 \text{ kG/cm}^2$, przepuszczając izopropanol przez następne 2 min. Zamknąć zawór 6 i otworzyć zawór 15 na 5 s przy ciśnieniu $5,63 \text{ kG/cm}^2$. Zamknąć zawór 5 i wysuszyć układ wg d). Powtórzyć te czynności 3 razy, używając w sumie 1 dm^3 izopropanolu.

Następnie przemyć aparat rozpuszczalnikiem węglowodorowym wg 5.12.4b), postępując w identyczny sposób jak przy stosowaniu izopropanolu.

Po ostatnim przemyciu rozpuszczalnik usuwać za pomocą pompy i kiedy zostanie usunięta prawie cała zawartość zbiornika 1, zamknąć zawór 8 i wyłączyć pompę, pozostawiając układ napełniony rozpuszczalnikiem aż do zaworu 8. Przed każdym oznaczaniem aparat osuszyć wg d).

d) Suszenie aparatu. Suszenie wykonać na koncu oznaczania oraz po każdym czyszczeniu i przemycaniu aparatu w następujący sposób.

W miejsce komory koagulacyjnej 9 wstawić odpowiedni kawałek rurki plastikowej, otworzyć całkowicie zawór pomiarowy 8 i włączyć pompę 3. Gdy w rurce ukaza się duże pęcherzyki powietrza, natychmiast zatrzymać pompę. Wyjąć plastikową rurkę, a następnie wysuszyć zbiornik wydzielonej wody 10. Stosując podciśnienie doprowadzone do rurki wypływowej, wysuszyć pozostałą część układu. Otworzyć szeroko zawór na przewód boczny 15. Gdy część wyjściowa układu jest już sucha (po 30 s), zamknąć otwór wejściowy zbiornika wydzielonej wody 10 i zamknąć zawór tego zbiornika tak, aby podciśnienie zostało skierowane do części ciśnieniowej aparatu (pompa). Włączyć pompę, a następnie dwukrotnie zamknąć i otworzyć zawór 6. Zakończyć suszenie zamykając wszystkie zawory i wyłączając podciśnienie.

e) Czyszczenie komory koagulacyjnej Rozbrać komorę koagulacyjną 9 i przemyć jej części acetonem, a następnie osuszyć. Złożyć zestaw nowych krążków koagulacyjnych zgodnie z rys. 23 i włożyć komorę do aparatu.

5.12.6. Wykonanie oznaczania. W czasie oznaczania utrzymywać temperaturę paliwa w zbiorniku $21-27^\circ\text{C}$. Jeżeli do tego celu konieczne jest chłodzenie wodą, należy stosować jak najmniejszą ilość wody chłodzącej, aby uniknąć przechłodzenia miejscowego i powstawania zbyt dużej różnicy temperatur.

Aparat włączyć do sieci co najmniej na 15 min przed rozpoczęciem oznaczania. Aparat przemyć dwa razy badanym paliwem w następujący sposób: w wypadku, gdy badane paliwo zawiera osad lub części nierozpuszczalne, należy pozostawić paliwo w spokoju, a potem zdekantować.

Nie należy sączyć paliwa. Do zbiornika wprowadzić $350 \pm 5 \text{ cm}^3$ badanego paliwa i włączyć pompę. Otworzyć na 5 s zawór 6 na przewodzie emulsyjnym tak, aby ciśnienie wynosiło $5,63 \text{ kG/cm}^2$. Otworzyć zawór 8 na przewodzie pomiarowym tak, aby cały układ napełnił się paliwem.

Kolejno otwierać i zamykać zawór 8 aż do uwolnienia układu od pęcherzyków powietrza. Na 3 s otworzyć zawór 15 w celu jego przemycia, a następnie zamknąć. Jeżeli jest to konieczne, przy wszystkich kurkach zamkniętych ustalić regulatorem 7 ciśnienie na $7,03 \text{ kG/cm}^2$. Przepuszczać pozostałe w zbiorniku paliwo przez układ do prawie całkowitego opróżnienia zbiornika.

Paliwo powinno przepływać dokładnie z prędkością 100 cm^3 w $40 \pm 0,8 \text{ s}$. W wypadku gdy czas przepływu przy pierwszym przemyciu nie mieści się w tej granicy, należy go uregulować w drugim przemyciu.

Przy użyciu $250 \pm 5 \text{ cm}^3$ badanego paliwa powtórzyć przemycanie i sprawdzić natężenie przepływu.

W wypadku gdy czas przepływu badanego paliwa jest przy drugim przemyciu również różny od $40 \pm 0,8$ s, odrzucić krążki koagulacyjne i powtórzyć cechowanie przepływomierza i czyszczenie aparatu

Wyłączyć pompę 3, zamknąć zawór 8 przerywając przepływ paliwa

Przy końcu przemycania ustawić gałkę kontrolną na odczyt 100

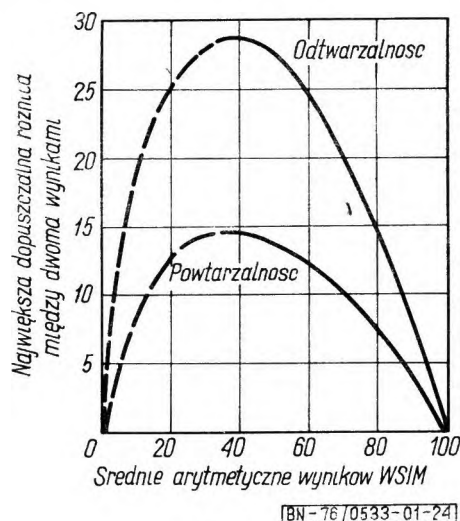
Następnie do zbiornika paliwa 1 wlać 2 dm^3 badanego paliwa i włączyć pompę 3. Otworzyć zawór 6 na przewodzie emulsyjnym, aż ciśnienie w układzie obniży się do $5,63 \text{ kG/cm}^2$

Kiedy stwierdzi się, że ciśnienie układu utrzymuje się w granicach $5,49\text{--}5,76 \text{ kG/cm}^2$ (w razie potrzeby należy regulować zaworem 6 na przewodzie emulsyjnym), strzykawką lekarską wprowadzić w ciągu 60 ± 15 s, ze stałą prędkością, 2 cm^3 wody destylowanej wprost do otworu przewodu prowadzącego z dołu zbiornika. Zanotować czas rozpoczęcia wstrzykiwania wody i kontynuować cyrkulację mieszaniny przez 5 min, po czym zamknąć zawór 6 na przewodzie emulsyjnym i otworzyć zawór pomiarowy 8 tak, aby natężenie przepływu mieszaniny wyniosło $150 \text{ cm}^3/\text{min}$

Zapisywać odczyty natężenia przepływu co 2 min, aż osiągnie się 1200 cm^3 przepompowanego paliwa

5 12 7. Wynik W wypadku wykonywania oznaczania przez to samo laboratorium, za wynik przyjmując średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników nie różniących się o więcej niż to podaje wykres powtarzalności (rys 24)

W wypadku wykonywania oznaczania przez dwa różne laboratoria, za wynik prawidłowy przyjmując średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników nie różniących się o więcej niż to podaje to wykres odtwarzalności (rys 24)



Rys 24

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę — Instytut Technologi Nafty

2 Istotne zmiany w stosunku do BN-70/0533-01

a) ustalono wartości liczbowe dla wymagania dotyczącego ogólnej zawartości kwasów, przy równoczesnym wyeliminowaniu zawartości kwasów rozpuszczalnych w wodzie,

b) wprowadzono zmianę w zakresie wymagania dotyczącego końca destylacji,

c) metody badań dostosowano całkowicie do aktualnych norm IP i ASTM, wprowadzono zmiany w zakresie następujących badań

- zawartość węglowodorów aromatycznych i nienasyconych (tabl 1 poz a) i b),
- działanie korodujące na płytce srebrnej (tabl 1 poz e),
- temperatura krystalizacji (tabl 1 poz i),
- zawartość siarki merkaptanowej (tabl 1 poz l),
- ogólna zawartość kwasów (tabl 1 poz o),
- reakcja na wodę (tabl 1 poz r),
- rozdział wody (tabl 1 poz s)

3 Normy związane

PN-73/C-04011 Przetwory naftowe Oznaczanie lepkości kinematycznej i dynamicznej

PN-76/C-04026 Przetwory naftowe Oznaczanie temperatury krystalizacji paliw lotniczych

PN-75/C-04033 Przetwory naftowe Oznaczanie liczby oktanowej paliw silnikowych metodą motorową

PN-71/C-04053 Przetwory naftowe Oznaczanie zawartości siarki merkaptanowej w paliwach silnikowych

PN-76/C-04057 Przetwory naftowe Badanie wpływu działania wody na paliwa lotnicze

PN-76/C-04100 Przetwory naftowe Oznaczanie zawartości grup węglowodorów w produktach jasnych metodą absorpcji ze wskaźnikiem fluorescencyjnym metody FIA

PN-76/C-04101 Przetwory naftowe Oznaczanie zawartości żywic obecnych w paliwach silnikowych

PN-62/C-04121 Przetwory naftowe Oznaczanie największej wysokości niekopącego płomienia

PN-74/H-82120 Miedź Gatunki

PN-76/M-59107 Wyroby ściernie Ścierniwo Klasyfikacja wielkości ziarna

BN-73/0533-09 Przetwory naftowe Badanie działania korodującego paliw lotniczych na płytce srebrnej

4 Normy zagraniczne

Wielka Brytania DERD 2494 Issue 7 — norma zgodna

Zgodność poszczególnych metod badań z normami brytyjskimi, normami USA i normami ISO podano w tablicy

Rodzaj metody badania	Metoda zgodna z normą brytyjską	Metoda zgodna z normą USA	Normy ISO
Oznaczanie zawartości poszczególnych grup węglowodorowych	IP 156/70	ASTM 1319/70	ISO/DIS 3837
Oznaczanie ciepła spalania	IP 12/73	ASTM 240-73	ISO 3648-1976
Oznaczanie punktu anilnowego	IP 2/61 metoda B	ASTM D 611-64	ISO 2977-1974
Badanie działania korodującego na płytce miedzianej	IP 154/69	ASTM D 130-73	ISO 2160-1972
Badanie działania korodującego na płytce srebrnej	IP 227/73	—	—
Oznaczanie składu frakcyjnego Destylacja normalna	IP 123/68	ASTM D 86/67	ISO 3405-1975
Oznaczanie zawartości żywic obecnych	IP 131/75	ASTM D 381/75	—
Oznaczanie temperatury zapłonu	IP 170/75 metoda C	—	—
Oznaczanie temperatury krystalizacji	IP 16/73	ASTM D 2386-72	ISO 3013-1974
Oznaczanie największej wysokości niekopącego płomienia	IP 57/55	ASTM D 1322-72	ISO 3014-1974
Oznaczanie ciężaru właściwego	IP 160/68	ASTM D 1298-67	ISO/DIS 3675
Oznaczanie siarki związanej merkaptanowo	IP 104/53 T metoda B	ASTM D 1219-73	ISO 3012-1974
Próba Doktora	IP 30/56	—	—
Oznaczanie zawartości siarki ogólnej	IP 107/73	ASTM D 1266-70	—
Oznaczanie stabilności termicznej	IP 197/71	ASTM D 1660-72	—
Oznaczanie ogólnej zawartości kwasów	IP 273/71 T	—	—
Oznaczanie lepkości kinematycznej	IP 71/75	ASTM D 445-72	ISO 3104-1976
Badanie wpływu działania wody	—	ASTM D 1094-72	—
Oznaczanie zdolności wydzielania wody z paliwa	—	ASTM D 2550-72	—

5. Autorzy projektu normy — mgr inż. Jadwiga Ludeńska, mgr Jacek Michalak — Instytut Technologii Nafty