

PRODUKTY WĘGLOPOCHODNE	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Produkty węglowodórne Fenolan sodowy	0517-03
		Zamiast RN-53/MG-97049
		Grupa katalogowa X 32

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fenolan sodowy otrzymywany z oleju naftalenowego w wyniku ekstrakcji wodnym roztworem wodorotlenku sodowego oraz fenolan sodowy otrzymywany w procesie odfenolowania wód ściekowych metodą ekstrakcyjną lub parową.

1.2. Zastosowanie. Fenolan sodowy służy do produkcji fenolu, krezoli i ksylenoli.

1.3. Określenia. Fenolan sodowy jest wodnym roztworem soli sodowych fenolu i alkilofenoli, zanieczyszczonym głównie olejami obojętnymi.

1.4. Normy związane

- PN-53/C-04004 Przetwory naftowe. Gęstość (masa właściwa). Oznaczanie areometrem
 PN/C-04333 Produkty węglowodórne. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
 PN-55/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
 PN-54/C-97055 Produkty węglowodórne. Destylacja normalna
 PN-67/C-97080 Produkty węglowodórne. Oznaczanie zawartości olejów obojętnych i zasad pirydynowych w produktach fenolowych
 PN-60/N-79002 Znaki i znakowanie opakowań transportowych

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od sposobu otrzymywania rozróżnia się trzy rodzaje fenolanu sodowego:

- fenolan sodowy z oleju naftalenowego - N,
- fenolan sodowy z odfenolowania ekstrakcyjnego - E,
- fenolan sodowy z odfenolowania parowego - P.

2.2. Przykład oznaczenia fenolanu sodowego z oleju naftalenowego

FENOLAN SODOWY N BN-67/0517-03

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 17 stycznia 1967 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 lipca 1967 r.

(Mon. Pol. nr 24/1967 poz. 116)

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Fenolan sodowy powinien być roztworem wolnym od zawiesin w temperaturze pomiaru gęstości.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Rodsaje			Metody badań wg
	N	E	P	
a) Gęstość w temperaturze: - 50°C, g/ml - 20°C, g/ml, nie mniej niż	1,170±1,210 nie normalizuje się	nie normalizuje się 1,15	nie normalizuje się 1,14	5.2.1
b) Olejów obojętnych, %, nie więcej niż	4	1	1	5.2.2
c) Składników kwaśnych, %, nie mniej niż	30	20	15	5.2.3
d) Destylacja normalna składników kwaśnych: - do temperatury 225°C powinno przedylować, %, nie mniej niż	80	nie normalizuje się	nie normalizuje się	5.2.4
e) Zawartość alkali w przeliczeniu na wodorotlenek sodowy (NaOH): - wolnego wodorotlenku sodowego, %, nie więcej niż - alkali całkowitych, %, nie mniej niż	4 nie normalizuje się	nie normalizuje się 10	nie normalizuje się 10	5.2.5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Fenolan sodowy N należy dostarczać w cysternach stalowych, izolowanych, zaopatrzonych w węzownice do ogrzewania. Fenolan sodowy E i P należy dostarczać w cysternach stalowych, zaopatrzonych w węzownice do ogrzewania.

Na cysternach umieścić trwały napis "Źrące", znak ostrzegawczy wg PN-60/N-79002 p. 2.3.2.

Do cysterny dołączyć dokumenty zawierające co najmniej:

- nazwę wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer cysterny,
- wagę brutto i netto.

Fenolan sodowy należy przechowywać w zbiornikach stalowych, zaopatrzonych w węzownice do ogrzewania.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać wg PN/C-04333. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 3000 g.

5.2. Opis badań

5.2.1. Oznaczenie gęstości - wg PN-53/C-04004, w temperaturze zgodnie z 3.2 a) niniejszej normy.

5.2.2. Oznaczenie zawartości olejów obojętnych - wg PN-67/C-97080.

5.2.3. Oznaczenie zawartości składników kwaśnych

5.2.3.1. Odczynniki

- Kwas siarkowy techniczny (1,75).
- Papierki wskaźnikowe nasycone czerwieńią Kongo.
- Chlorek sodowy cz.

5.2.3.2. Przyrządy

- a) Kolba kulista z dnem płaskim pojemności 2000 ml.
- b) Dwa rozdzielacze pojemności 2000 ml.
- c) Misa porcelanowa lub emaliowana pojemności około 2000 ml.
- d) Rozdzielacz pojemności 100 ml.
- e) Lejek sitowy średnicy 100 ml z nałożoną bibułą filtracyjną.
- f) Kolba ssawkowa pojemności około 100 ml.

5.2.3.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby pojemności 2000 ml odważyć 500 g badanego fenolanu sodowego z dokładnością do 0,1 g. Następnie do próbki dozować małymi porcjami, przy ciągłym mieszaniu termometrem (dla utrzymania temperatury roztworu poniżej 40°C), kwas siarkowy do reakcji kwaśnej wobec ozerwieni Kongo (zmiana zabarwienia papierka wskaźnikowego z czerwonego na niebieski). Po przeprowadzeniu reakcji z kwasem siarkowym można dodać wody dla niedopuszczenia do wytrącenia się kryształów siarczanu sodowego.

Zawartość kolby przelać do rozdzielacza pojemności 2000 ml i po półgodzinnym odstaniu odciągnąć dolną warstwę (roztwór siarczanu sodowego) do miski, warstwę górną stanowiącą surowy kwas karbolowy pozostawić w rozdzielaczu. Roztwór siarczanu sodowego w misce nasycić chlorkiem sodowym i przelać do drugiego rozdzielacza pojemności 2000 ml. Po rozdzieleniu się warstw spuścić dolną warstwę roztworu siarczanu i chlorku sodowego, a warstwę górną (kwas karbolowy) połączyć z surowym kwasem karbolowym (w rozdzielaczu pierwszym). Surowy kwas karbolowy odstawić na 2,5 godz, po czym odpuścić dokładnie dolną warstwę (znowu powstałą) roztworu soli.

Gdy między warstwami surowego kwasu karbolowego i roztworu soli wytworzy się emulsja, należy ją przesączyć przez lejek sitowy, a przesącz rozdzielić w małym rozdzielaczu, odrzucając dolną warstwę, zaś górną połączyć z kwasem karbolowym w pierwszym dużym rozdzielaczu.

Połączone surowe kwasy karbolowe przelać do uprzednio zważonej zlewki i zważyć z dokładnością do 0,1 g. Następnie należy pobrać 50 ml tak uzyskanego kwasu karbolowego i oznaczyć wodę wg PN-55/C-04523.

Objętość wody odczytana na odbieralniku pomnożona przez dwa daje procent zawartości wody w surowym kwasie karbolowym.

Zawartość wody C w uzyskanym kwasie karbolowym obliczyć w gramach wg wzoru

$$C = \frac{a \cdot m}{100} \quad (1)$$

w którym:

- a - zawartość wody w surowym kwasie karbolowym oznaczona zgodnie z PN-55/C-04523, %
 m - masa uzyskanego surowego kwasu karbolowego, g.

Zawartość składników kwaśnych X obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m - C - 0,921 \cdot V \cdot 5) \cdot 100}{500} \quad (2)$$

w którym:

- m - masa uzyskanego surowego kwasu karbolowego, g,
 C - zawartość wody w otrzymanym surowym kwasie karbolowym, g (wzór 1),
 0,921 - współczynnik określający średnią gęstość olejów obojętnych,
 V - zawartość olejów obojętnych w 100 g badanego fenolanu sodowego oznaczona zgodnie z PN-67/C-97080, ml,
 500 - masa badanego fenolanu sodowego użytego do oznaczania, g.

5.2.3.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oo najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,5%.

5.2.4. Destylacja normalna składników kwaśnych powinna być wykonana wg BN-54/C-97055 za pomocą zestawu przedstawionego na rys. 1. Do oznaczania należy zastosować próbkę otrzymanego wg 5.2.3.3 kwasu karbolowego nieodwodnionego i przeprowadzić destylację do temperatury 225°C.

Objętość destylatu do 225°C X_1 obliczyć w procentach objętościowych wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 100}{100 - V_1} \quad (3)$$

w którym:

V - objętość destylatu do 225°C, ml,

V_1 - podwójna objętość wody oznaczona wg 5.2.3.3, ml,

100 - w mianowniku - objętość surowego zawodnionego kwasu karbolowego pobranego do destylacji, ml.

5.2.5. Oznaczanie zawartości alkali

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,5n.

b) Chlorek barowy cz., roztwór 10-procentowy.

c) Fenoloftaleina, 10-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć w kolbie stożkowej 25 g badanego fenolanu sodowego z dokładnością do 0,01 g, przelać i spłukać wodą destylowaną do kolby pomiarowej pojemności 500 ml i dopełnić wodą do kreski.

Po wymieszaniu odmierzyć 25 ml próbki z kolby pomiarowej do kolby stożkowej, rozcieńczyć 25 ml wody destylowanej i odparować do objętości około 5 ml. Po wystygnięciu dodać 5 ml 10-procentowego roztworu chlorku barowego w celu wytrącenia węglanów, dokładnie wymieszać i miareczkować bez odsączenia osadu 0,5n roztworem kwasu siarkowego wobec fenoloftaleiny.

Zawartość wolnego wodorotlenku sodowego X_2 obliczyć w procentach wagowych z różnicy całkowitej zawartości wodorotlenku sodowego i wodorotlenku sodowego związanego z fenolami wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,02 \cdot 100 \cdot 20}{m} - X \cdot 0,452 \quad (4)$$

w którym:

V - objętość 0,5n roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania, ml,

0,02 - ilość wodorotlenku sodowego odpowiadająca 1 ml 0,5n roztworu kwasu siarkowego, g,

m - odważka badanego fenolanu sodowego, g,

X - zawartość składników kwaśnych wg 5.2.3, %, wag.,

0,452 - współczynnik przeliczeniowy wynikający z przyjętego stosunku wodorotlenku sodowego do fenoli w fenolanie sodowym przy średnim składzie 10% fenoli, 45% krezoli i 45% ksylenoli.

Zawartość całkowitą alkali w przeliczeniu na wodorotlenek sodowy X_3 obliczyć w procentach wagowych wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,02 \cdot 100 \cdot 20}{m} \quad (5)$$

w którym:

V - objętość 0,5n roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania, ml,

0,02 - ilość wodorotlenku sodowego odpowiadająca 1 ml 0,5n roztworu kwasu siarkowego, g,

m - odważka badanego fenolanu sodowego, g.

5.2.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się nie więcej niż o 0,5%.

K O N I E C

4 **BN-67/0517-03 Produkty węglowodorne. Fenolan sodowy**
X 32

poprawka 1

W punkcie 3.2 e) zamiast: alkali całkowitych, %, nie mniej niż powinno być:
alkali całkowitych, %, nie więcej niż.

(Biuletyn PKNiM nr 11—12/76 poz. 111)

67/0517-03 Produkty węglowodorne. Feudan sodowy
32

poprawka 2

Ia wniosek Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafineryjnego i Pchemicznego — anuluje się treść poprawki opublikowanej w Biuletynie PKNiM 1—12/76 poz. 117 str. 248.

(Biuletyn PKNiM nr 10/77 poz. 95)