

PRODUKTY WĘGLOPOCHODNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Produkty węglowodorne Fenolan sodowy	0517-03
		Zamiast BN-67/0517-03
		Grupa katalogowa 1032

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest fenolan sodowy — wodny roztwór soli sodowych fenoli i alkilofenoli, zanieczyszczonych olejami obojętnymi.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Fenolan sodowy stosowany jest do produkcji fenolu, krezoli i ksylenoli.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od metody otrzymywania rozróżnia się dwa rodzaje fenolanu sodowego:

N — otrzymywany przez ekstrakcję oleju naftaleno-

wego,
E — otrzymywany przez ekstrakcyjne odfenolowanie ścieków.

2.2. Przykład oznaczania fenolanu sodowego z oleju naftaleno-

FENOLAN SODOWY N BN-90/0517-03

3. WYMAGANIA

Wymagania	Rodzaje	
	N	E
a) Olejów obojętnych, ml/100 g, nie więcej niż	3	1
b) Składników kwaśnych, %(m/m), nie mniej niż	30	20
c) Destylacja normalna składników kwaśnych — do temperatury 225°C powinno przedestylować, %(V/V), nie mniej niż	80	nie normalizuje się
d) Wolnego wodorotlenku sodowego (NaCl), %(m/m), nie więcej niż	3	3

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Fenolan sodowy N należy ładować do wagonów-cystern stalowych, izolowanych, zaopa-

trzonych w węzownice grzejne. Fenolan sodowy N należy ładować do wagonów-cystern stalowych, zaopatrzonych w węzownice grzejne.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-85/O-79252.

Na każdej wagono-cysternie należy umieścić co najmniej następujące oznakowanie:

a) oznaczenie wg 2.2,

b) znak niebezpieczeństwa dla materiałów żrących zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu materiałów niebezpiecznych wg RID.

c) oznaczenie cyfrowe $\frac{80}{1719}$

4.2. Przechowywanie. Fenolan sodowy należy przechowywać w zbiornikach stalowych zaopatrzonych w węzownice grzejne. Zbiorniki powinny być ustawione na tacy zabezpieczającej przed przedostawaniem się ich zawartości do kanalizacji lub gruntu.

4.3. Transport. Fenolan sodowy zalicza się do klasy niebezpieczeństwa 8 lm. 801 p. 42.b/RID.

Fenolan sodowy należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami dla transportu kolejowego materiałów niebezpiecznych¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać wg PN-73/C-04333 z rozgrzanego do temperatury około 50°C fenolanu sodowego. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 3 000 g.

5.2. Wielkość partii. Partię fenolanu sodowego stanowi zawartość jednej wagono-cysterny.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości olejów obojętnych — wg PN-90/C-97080 z tym, że

— w wykonaniu oznaczania zamiast 100 ml wody destylowanej należy dodać 170 ml wody destylowanej,

— destylację należy uważać za zakończoną po odebraniu 200 ml kondensatu (destylatu),

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Zgłoszona przez Branżowy Ośrodek Normalizacji Kauczuków Syntetycznych i Tworzyw Sztucznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 27 kwietnia 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1991 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 14/1990, poz. 34)

— do rozdzielacza z kalibrowaną nóżką pojemności 10 ml z kondensatem (destylatem) dodać dodatkowo 5 ml toluenu cz. (celem rozpuszczenia naftalenu i dokładnego odczytu olejów obojętnych).

Zawartość olejów obojętnych w badanym fenolanie sodowym w ml/100 g należy przyjąć objętość w ml odczytaną na kalibrowanej nóżce rozdzielacza pomniejszoną o 5 ml dodanego toluenu.

5.3.2. Oznaczanie zawartości składników kwaśnych

5.3.2.1. Odczynniki

a) Kwas siarkowy cz., roztwór o gęstości $\rho = 1,75 \text{ g/cm}^3$.

b) Papierki wskaźnikowe nasycone czerwienią Konga wg PN-81/C-06501 p. 2.14d).

5.3.2.2. Przyrządy

a) Kolba kulista lub z dnem płaskim pojemności 1 l.

b) Lejek rozdzielczy pojemności 1 l.

c) Zlewka pojemności 250 ml.

d) Termometr o zakresie pomiarowym od 0 do 50°C z podziałką co 1°C.

5.3.2.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby wg 5.3.2.2a) odważyć z dokładnością do 0,1 g 500 g badanego fenolanu sodowego przygotowanego wg p. 5.1.

Do kolby z fenolanem sodowym dodawać małymi porcjami kwas siarkowy przy ciągłym mieszaniu i chłodzeniu jej pod bieżącą wodą tak, aby temperatura zawartości kolby nie przekraczała 50°C. Kwas siarkowy należy dodawać do zmiany zabarwienia papierka Konga z czerwonego na niebieskie (około 100 ml). Następnie zawartość kolby przenieść do lejka rozdzielczego wg p. 5.3.2.2b), przemywając kolbę wodą destylowaną w ilości około 100 ml. Zawartość lejka rozdzielczego zamieszać ruchem okrężnym i odstawić na około 2 h. Po rozdzieleniu się warstw, warstwę dolną odrzucić, a górną warstwę fenolową przelać do uprzednio zważonej z dokładnością do 0,1 g zlewki wg 5.3.2.2c) i zważyć z tą samą dokładnością. Następnie odważyć 50 g otrzymanych fenoli i oznaczyć zawartość wody (a) w ml wg PN-83/C-04523.

Zawartość wody w fenolanach (W) w g, obliczyć wg wzoru

$$W = \frac{a \cdot m}{50} \quad (1)$$

w którym:

a — zawartość wody w odważce fenoli oznaczona wg PN-83/C-04523 (przyjąć gęstość wody $\rho = 1,000 \text{ g/cm}^3$),

m — masa otrzymanych fenoli, g.

Zawartość składników kwaśnych (X_1) w $\%(m/m)$ obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{m - (W + V \cdot 0,921 \cdot 5)}{500} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m — masa otrzymanego roztworu fenoli, g,

W — zawartość wody w otrzymanych fenolach, g,

0,921 — średnia gęstość olejów obojętnych, g/ml,

V — objętość olejów obojętnych w 100 g badanego fenolanu sodowego oznaczona wg PN-90/C-97080, ml.

5.3.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,5%(m/m).

5.3.3. Destylację normalną składników kwaśnych wykonać wg PN-73/C-97055 p. 2.5.1 za pomocą zestawu przedstawionego na rys. 1. Do oznaczania należy zastosować próbkę otrzymanego wg 5.3.2.3 roztworu fenoli, nieodwodnionego i przeprowadzić destylację do temperatury 225°C.

Objętość destylatu do 225°C (X_2) w $\%(V/V)$ obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1)}{100 - V_1} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

V — objętość destylatu do 225°C, ml,

V_1 — podwójna objętość wody oznaczona wg 5.3.2.3, ml,

100 — objętość roztworu fenoli, ml.

5.3.4. Oznaczanie zawartości wolnego wodorotlenku sodowego

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz. roztwór o stężeniu $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$.

b) Chlorek barowy cz. roztwór 10%(m/m).

c) Fenoloftaleina, roztwór: 10 g fenoloftaleiny rozpuścić w 90 ml alkoholu etylowego i uzupełnić do 100 ml alkoholem etylowym.

5.3.4.2. Przyrządy

a) Kolba stożkowa z szeroką szyjką pojemności 100 ml.

b) Kolba pomiarowa pojemności 500 ml.

c) Pipeta pojemności 25 ml.

d) Zlewka pojemności 50 ml.

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. W zlewce pojemności 50 ml odważyć 25 g badanego fenolanu sodowego z dokładnością do 0,01 g i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml. Kolbę dopełnić do kreski wodą destylowaną i dokładnie wymieszać. Do kolby stożkowej wg 5.3.4.2a) odmierzyć 25 ml przygotowanego roztworu, dodać 25 ml wody destylowanej, wymieszać i odparować do objętości 5 ÷ 10 ml. Następnie zawartość kolby schłodzić, dodać 5 ml roztworu chlorku barowego wg 5.3.4.1b) i 50 ml wody destylowanej, dokładnie wymieszać i miareczkować bez sączenia osadu roztworem kwasu siarkowego wg 5.3.4.1a) wobec fenoloftaleiny, do zaniku zabarwienia.

Zawartość wolnego wodorotlenku sodowego (X_3) w $\%(m/m)$ obliczyć z różnicy całkowitej zawartości wodorotlenku sodowego i wodorotlenku sodowego związanego z fenolami wg wzoru

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,02 \cdot 20}{m} \cdot 100 - (X_1 \cdot A) \quad (4)$$

w którym:

V — objętość roztworu kwasu siarkowego o stężeniu $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml;

0,02 — ilość wodorotlenku sodowego odpowiadająca 1 ml roztworu kwasu siarkowego o stężeniu $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l, g/ml}$,

m — odważka badanego fenolanu sodowego, g,

X_1 — zawartość składników kwaśnych wg 5.3.2, %(m/m),

A — współczynnik przeliczeniowy wynikający z przyjętego stosunku wodorotlenku sodowego do fenoli w fenolanie sodowym, który:

— dla fenolanu sodowego rodzaju N wynosi 0,367 (dla składu: 22% fenolu, 42% krezoli i 36% ksylenoli łącznie z alkilofenolami),

— dla fenolanu sodowego rodzaju E wynosi 0,403 (dla składu: 67% fenolu, 22% krezoli i 11% ksylenoli łącznie z alkilofenolami).

5.3.4.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,5%(m/m).

5.4. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe wymagań występujące w normie oraz końcowe wyniki badań należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 (Metoda Z).

5.5. Zaświadczenie o jakości. Dla każdej partii produktu odpowiadającej wymaganiom niniejszej normy należy wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym między innymi należy podać wyniki z wykonanych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Kauczuków i Tworzyw Winiowych w Oświęcimiu, Zakłady Chemiczne „Oświęcim”.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/0517-03

- wykreślono rodzaj P,
- wykreślono wymagania ogólne,
- w rodzaju N zaostrożono wymagania dla zawartości olejów obojętnych i wolnego wodorotlenku sodowego,
- w rodzaju E wykreślono oznaczanie alkalii całkowitych, a wprowadzono oznaczanie wolnego wodorotlenku sodowego,
- zaktualizowano sposób znakowania i przechowywania,
- dopracowano metodę oznaczania zawartości olejów obojętnych, składników kwaśnych i wolnego wodorotlenku sodowego.

3. Normy i dokumenty związane

- PN-73/C-04333 Produkty węglowodory. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej
 PN-83/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną
 PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników
 PN-73/C-97055 Produkty węglowodory. Destylacja normalna
 PN-90/C-97080 Produkty węglowodory. Oznaczanie zawartości olejów obojętnych i zasad pirydynowych

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
 PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo Przewozowe. (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych. (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV). (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami.

Regulamin dla międzynarodowego przewozu kolejami towarów niebezpiecznych (RID). (Dz. TiZK nr 7, poz. 44 z 1985 r.)

Rozporządzenie Ministra Komunikacji z dnia 6 października 1987 r. w sprawie wykazu rzeczy niebezpiecznych wyłączonych z przewozu koleją oraz szczególnych warunków przewozu rzeczy niebezpiecznych dopuszczonych do przewozu. (Dz. U. nr 32, poz. 169 z 1987 r.)

4. Symbol wg SWW — 1242-411.

5. Autorzy projektu normy — inż. Halina Zięcina, Zenona Leduchowska, mgr inż. Władysława Jurczyk — Zakłady Chemiczne „Oświęcim”.