

ROPA NAFTOWA GAZ ZIEMNY I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Przetwory naftowe	0539-01
	Kwasy naftenowe	Zamiast RN-60/MPCh-1784
		Grupa katalogowa II 45

1. WSTEP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są kwasy naftenowe.

1.2. Rodzaje. Dopuszcza się dwa rodzaje kwasów naftenowych, oznaczone cyframi rzymskimi I i II.

1.3. Określenia. Kwasy naftenowe są mieszaniną wolnych, nierozpuszczalnych w wodzie kwasów organicznych, otrzymywanych jako produkt uboczny przy procesie rafinacji lekkich frakcji ropy naftowej. Kwasy naftenowe I otrzymuje się przy rafinacji nafty bezparafinowej o początku wrzenia 180°C i końcu wrzenia 280°C. Kwasy naftenowe II otrzymuje się przy rafinacji lekkich frakcji włącznie z olejem napędowym I z rop parafinowych i bezparafinowych.

1.4. Przykład oznaczenia kwasów naftenowych I:

KWASY NAFTENOWE I BN-64/0539-01

1.5. Normy związane

PN-66/C-04000 Ropa naftowa i przetwory naftowe. Pobieranie próbek
 PN-66/C-04064 Przetwory naftowe. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego
 PN-55/C-04066 Przetwory naftowe. Oznaczanie kwasowości i liczby kwasowej
 PN-74/C-96019 Przetwory naftowe. Eter naftowy techniczny

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Kwasy naftenowe powinny być cieczą barwy od jasno- do ciemno-brunatnej, o ostrym charakterystycznym zapachu.

2.2. Wymagania szczegółowe

Własności	Rodzaje		Metody badań
	I	II	
a) Zawartość substancji organicznych, %, nie mniej niż	95	90	wg 4.2
b) Zawartość czystych kwasów naftenowych, %, nie mniej niż	88	75	wg 4.3
c) Zawartość części nie ulegających zmydleniu, %, nie więcej niż	10	20	wg 4.4
d) Liczba kwasowa, mg KOH/1 g, nie mniej niż	250	150	PN-55/C-04066 odważka 2 g
e) Liczba kwasowa wydzielonych czystych kwasów naftenowych, mg KOH/1g, nie mniej niż	275	-	wg 4.6
f) Odczyn	obojętny		PN-66/C-04064

Instytut Technologii Nafty

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 22 kwietnia 1964 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 27 stycznia 1965 r. (Mon. Pol. nr 5/1965 poz. 17)

3. OPAKOWANIE

Kwasy naftenowe powinny być dostarczane w beczkach żelaznych z obrczami, pojemności nie większej niż 200 l. Na beczkach należy umieszczać napis zawierający co najmniej:

- a) oznaczenie wg 1.4,
- b) nazwę lub znak wytwórni,
- c) datę produkcji,
- d) wagę brutto i tarę, kg.

Napis na beczce należy wykonać czarną farbą, nie zmywającą się pod działaniem wody ani kwasów naftenowych.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-66/C-04000.

4.2. Oznaczanie zawartości substancji organicznych

4.2.1. Przyrządy

- a) Zlewka pojemności 200 ml.
- b) Rozdzielacz pojemności 250 ml.
- c) Parownica porcelanowa średnicy 80 mm.

4.2.2. Odczynniki

- a) Eter naftowy techniczny - wg PN-74/C-96019.
- b) Kwas azotowy cz.d.a. 10-procentowy.

4.2.3. Oznaczanie. W zlewce pojemności 200 ml odważyć około 5 g badanych kwasów naftenowych z dokładnością do 0,01 g i po dodaniu 50 ml wody destylowanej przenieść ilościowo do rozdzielacza, dodać 10 ml 10-procentowego kwasu azotowego i dokładnie wymieszać. Po wymieszaniu dodać 50 ml eteru naftowego i zawartość rozdzielacza wytrząsać przez 5 min, po czym pozostawić w spokoju do całkowitego rozdzielenia się warstw.

Ekstrakcję mieszaniny kwasów naftenowych i części nie zmydlających się prowadzić aż do otrzymania bezbarwnego wyciągu eterowego. Połączone wyciągi eterowe przenieść do parownicy porcelanowej i odparować eter naftowy, ogrzewając zawartość parownicy na łaźni wodnej. Po całkowitym odpędzeniu eteru naftowego substancję organiczną, pozostałą w parownicy, suszyć w temperaturze $75 \pm 1^{\circ}\text{C}$, aż do otrzymania różnicy między dwoma ważeniami nie przekraczającej 0,001 g. Pierwsze ważenie przeprowadzić po 30 min, a każde następne po 10 min suszenia.

Zawartość substancji organicznych (X_1) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

- m_1 - masa substancji organicznej otrzymanej po suszeniu, g,
 m_2 - odważka, g.

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

4.3. Oznaczanie zawartości czystych kwasów naftenowych

4.3.1. Przyrządy

- a) Kolba stożkowa pojemności 300 i 100 ml.
- b) Rozdzielacz pojemności 250 ml.
- c) Parownica porcelanowa średnicy 80 mm.
- d) Kolba kulista z płaskim dnem pojemności 250 ml.

4.3.2. Odczynniki

- a) Alkohol etylowy 95-procentowy.
- b) Chlorek sodowy cz.d.a., nasycony roztwór.
- c) Eter naftowy techniczny wg PN-74/C-96019.
- d) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór w 70% alkoholu etylowym.
- e) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy lub kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- f) Oranż metylowy, 0,1-procentowy roztwór wodny.
- g) Wodorotlenek sodowy 0,5 normalny roztwór.

4.3.3. Wykonanie oznaczania. Około 5 g badanych kwasów naftenowych, odważonych w zlewce pojemności 300 ml z dokładnością do 0,01 g, zalać 50 ml wody destylowanej oraz 50 ml 95-procentowego alkoholu etylowego i po dodaniu paru kropel 1-procentowego alkoholowego roztworu fenoloftaleiny zubożyć 0,5n roztworem wodorotlenku sodowego do nie znikającego w ciągu kilku minut zabarwienia różowego. Po miareczkowaniu dodać taką ilość 95-procentowego alkoholu etylowego, jaką ilość mililitrów wodorotlenku sodowego zużyto do zubożenia. Alkoholowo-wodny roztwór mydła przelać do rozdzielacza.

Zlewkę przemyć dwukrotnie używając po 5 ml mieszaniny alkoholowo-wodnej (w stosunku 1:1). Płyn z przemycia dołączyć do rozdzielacza. W celu wymycia olejów mineralnych wytrząsać kilkakrotnie z eterem naftowym tak długo, aż kropla wyciągu eterowego znajdującego się w górnej warstwie nie pozostawi na bibule tłustej plamy. Dolny alkoholowo-wodny roztwór mydeł wlać do parownicy porcelanowej. Górną warstwę eterową przepłukać kilkoma porcjami mieszaniny alkoholowo-wodnej, przy czym roztwory z przemycia dołączyć do parownicy. Zawartość parownicy odparować ogrzewając ją na łaźni wodnej. Użytkowaną suchą pozostałość rozcieńczyć gorącą destylowaną wodą, a następnie zawartość parownicy przenieść ilościowo do rozdzielacza.

Sole kwasów naftenowych rozłożyć, wytrząsając je z 10-procentowym kwasem azotowym, solnym lub siarkowym, w obecności oranżu metylowego, aż do wyraźnego pojawienia się różowego zabarwienia dolnej warstwy nie znikającej w ciągu kilku minut. Wydzielone kwasy naftenowe oddzielić przez wytrząsanie z eterem naftowym aż do zupełnego sklarowania się roztworu, po czym roztwór wodny odpuścić, a wyciąg eterowy przemyć kilka razy zubożonym nasyconym wodnym roztworem chlorku sodowego aż do obojętnej reakcji roztworu użytego do przemywania. Wyciąg eterowy zawierający kwasy naftenowe przesączyć do zważonej kulistej z dnem płaskim kolby. Sączek przemyć dokładnie eterem naftowym. Następnie kolbę połączyć z chłodnicą i oddestylować na łaźni wodnej eter naftowy.

Otrzymaną w kolbie pozostałość przemyć małymi ilościami eteru naftowego, przy czym roztwory z przemycia należy przesączyć i przenieść do kolby zawierającej kwasy naftenowe.

Z kolby oddestylować ponownie na łaźni wodnej eter naftowy. Następnie kolbę wstawić do suszarki o temperaturze 75°C i suszyć aż do otrzymania różnicy między dwoma ważeniami nie przekraczającej 0,01 g.

Pierwsze ważenie przeprowadzić po 30 min, a każde następne po 10 min suszenia.

Zawartość kwasów naftenowych (X_2), w procentach wagowych, obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_3 \cdot 100}{m_4}$$

w którym:

m_3 - masa wysuszonych kwasów naftenowych, g,

m_4 - odważka kwasów naftenowych, g.

4.4. Oznaczanie zawartości części nie zmydlających się

Zawartość części nie zmydlających się (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = X_1 - X_2$$

w którym:

X_1 - zawartość substancji organicznej, % wag.,

X_2 - zawartość czystych kwasów naftenowych, % wag.

4.5. Oznaczanie liczby kwasowej badanych kwasów naftenowych należy wykonać zgodnie z PN-55/C-04066 z tym, że do badania pobrać 2 g badanych kwasów.

4.6. Oznaczanie liczby kwasowej czystych kwasów naftenowych należy wykonać zgodnie z PN-55/C-04066 z tym, że do badania pobrać 2 g kwasów oznaczonych wg 4.3.3. Liczbę kwasową czystych kwasów naftenowych można również obliczyć z następującego wzoru

$$L_2 = \frac{L_1 \cdot 100}{X_2}$$

w którym:

L_1 - liczba kwasowa badanych kwasów naftenowych, mg KOH/1g,

X_2 - zawartość czystych kwasów naftenowych w badanych kwasach, % wag.

K O N I E C