

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki 4-Pikolina czysta	6193-08
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest 4-Pikolina czysta otrzymywana z frakcji pikolinowej uzyskiwanej z destylacji zasad pirydynowych ze smoły surowej z węgla kamiennego lub benzolu surowego.

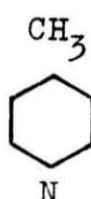
4-Pikolina ma:

a) wzór sumaryczny: C_6H_7N

b) wzór budowy:

c) ciężar cząsteczkowy: 93,13 (1955 r.)

d) nazwę systematyczną: 4-metylopirydyna.



1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. 4-Pikolinę czystą stosuje się głównie jako odczynnik do produkcji leków i syntezy organicznej.

1.3. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie

PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-64/C-97054 Produkty węglowodorne. Destylacja normalna metodą Krämera-Spilker'a

PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-66/0511-06 Produkty węglowodorne. Oznaczanie składu zasad pirydynowych metodą chromatografii gazowej

2. OZNACZENIE

4-PIKOLINA czysta BN-69/6193-08

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. 4-Pikolina czysta powinna być cieczą bezbarwną, przezroczystą, o zapachu zbliżonym do zapachu pirydyny, dobrze rozpuszczalną w wodzie, alkoholu, eterze i chloroformie.

3.2. Wymagania chemiczne i fizyczne

Wymagania		Sposób pobierania próbek wg	Metody badań wg
a) Gęstość ρ_4^{20} , w g/cm ³	0,953 ÷ 0,957	-	PN-66/C-04004
b) Destylacja normalna:			PN-64/C-97054
- temperatura początku destylacji, °C, nie niżej niż	143	-	-
- co najmniej 95% przedestyluje do temperatury, °C	145	PN/C-80047	-
c) Substancji nie-lotnych, %, nie więcej niż	0,02	-	5.3.3
d) Zawartość chlorków, %, nie więcej niż	0,002	-	5.3.4
e) Zawartość 4-Pikoliny, %, nie mniej niż	97	-	BN-66/0511-06

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie, znakowanie i przechowywanie 4-Pikoliny czystej - zgodnie z PN-54/C-80001. Na opakowaniu należy umieścić napis "łatwopalne" oraz "trucizna" wg PN-67/0-79252 p. 2.3.3 i 2.3.5.

4.2. Transport. 4-Pikolinę czystą należy transportować zgodnie z przepisami dla materiałów łatwopalnych w krytych wagonach kolejowych lub samochodach ciężarowych.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej z każdej partii produktu powinna wynosić około 500 g.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi najmniej 100 kg 4-Pikoliny czystej.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie gęstości 4-Pikoliny czystej należy wykonać wg PN-66/C-04004 używając areometru.

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 3 lutego 1969 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1969 r.

(Mon. Pol. nr 15/1969 poz. 122)

5.3.2. Destylacje normalna 4-Pikoliny czystej należy wykonać zgodnie z PN-64/C-97054.

5.3.3. Oznaczanie substancji nielotnych. 20 ml badanej 4-Pikoliny odważyć z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w parownicy porcelanowej lub szklanej o średnicy wewnętrznej 70 ± 3 mm i odparować na łaźni wodnej do sucha. Następnie parownicę umieścić w suszarce i suszyć do stałej masy w temperaturze 105°C .

Zawartość substancji nielotnej (X) obliczyć w procentach ze wzoru

$$X = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 100}{G}$$

w którym:

G_1 - masa tygla wraz z pozostałością, g,

G_2 - masa pustego tygla, g,

G - masa badanej próbki, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebra cz.d.a. roztwór 0,1n.

b) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cl^- przygotować wg PN-68/C-06500: 10 ml otrzymanego roztworu pobrać pipetą, przenieść do drugiej kolby pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. 1 ml tak przyrządzonego roztworu zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Rozpuścić 2 ml badanej 4-Pikoliny w 25 ml wody. Dodać 2 ml kwasu azotowego i 1 ml azotanu srebra i dokładnie wymieszać.

Badana 4-Pikolina odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po 30 sek nie będzie intensywniejsze niż zmętnienie roztworu porównawczego. Roztwór porównawczy przygotować dodając do 23 ml wody:

- 2 ml kwasu azotowego,

- 1 ml azotanu srebra,

- 4 ml roztworu wzorcowego = 0,04 mg Cl^-

i dobrze wymieszać. Oznaczanie wykonać optycznie w identycznych naczyniach szklanych.

5.3.5. Oznaczanie zawartości 4-Pikoliny czystej należy wykonać wg BN-66/0511-06.

K O N I E C