UKD668.736.362

Produkty węglopochodne	NORMA BRANŻOWA Produkty węglopochodne. Olej pirydynowy koksowniczy surowy	BN-67 0512-01 Grupa katalogowa X 32

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest olej pirydynowy surowy otrzymywany z gazu koksowniczego.

1.2. Zastosowanie. Olej pirydynowy surowy stanowi surowiec do otrzymywania pirydyny i jej homologów.

1.3. Określenie. Olej pirydynowy surowy jest mieszaniną zawierającą głównie pirydynę, pikoliny, lutydyny, kolidyny obok wody i domieszek innych substancji pochodzących z gazu koksowniczego.

1.4. Normy związane

PN-66/C-04004	Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości /masy właściwej/.
PN/C-04333	Produkty węglopochodne. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej.
PN-66/C-04523	Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną.
PN-64/C-97054	Produkty węglopochodne. Destylacja normalna metodą Krämera-Spilkera.

Instytut Chemicznej Przeróbki Węgla

Ustanowiona przez Dyr. Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali Zarz. 39/67 z dnia 23.VIII.1967. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1.I.1968. /Mon. Pol. nr... poz. ...../.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zasad pirydynowych rozróżnia się dwa gatunki oleju pirydynowego koksowniczego surowego: gatunek I i gatunek II.

2.2. Przykład oznaczenia oleju pirydynowego koksowniczego surowego gatunku I:

OLEJ PIRYDYNOWY KOKSOWNICZY SUROWY I BN-66/0512-01

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Surowy olej pirydynowy powinien być cieczą barwy brunatnej do ciemno-brunatnej o ostrym przenikliwym zapachu.

3.2. Wymagania fizykochemiczne

Wymagania	Gatunek I	Gatunek II
a/ Gęstość ρ_4^{20}, g/ml	0,950-1,020	0,950-1,020
b/ wody, nie więcej niż, %	15	15
c/ Zasad pirydynowych wrzących do 160°C w przeliczeniu na bezwodny surowy olej pirydynowy, nie mniej niż, %	40	30
d/ Olejów obojętnych i kwaśnych, nie więcej niż, %	35	45

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Surowy olej pirydynowy koksowniczy należy dostarczać w czystych cysternach kolejowych lub beczkach stalowych.
Na cysternie lub beczce należy umieścić trwały napis: "łatwopalne" oraz znaki ostrzegawcze wg PN-60/N-79002, p.2.3.3.,

2.3.5.
Na każdej beczce, w przypadku zaś cystern w dokumentach towarzyszących, należy umieścić napis zawierający co najmniej:

a/ nazwę lub znak wytwórni
b/ oznaczenie wg 2.2.
c/ datę produkcji
d/ masę brutto i netto, kg
e/ numer partii

Surowy olej pirydynowy należy przechowywać w zbiornikach stalowych.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej wykonać wg PN/C-04333.

5.2. Oznaczanie gęstości. Gęstość oznaczać areometrem wg PN-66/C-04004 przyjmując we wzorze na obliczenie gęstości współczynnik $\gamma = 0,0007$

5.3. Oznaczanie zawartości wody wykonać wg PN-66/C-04523, stosując dokładność wazenia 0,05 g, posługując się przy ważeniu wytarowanym cylindrem pojemności 50 ml, którego następnie należy użyć do odmierzenia 50 ml czystego benzenu do oznaczania w miejsce 100 ml ksylenu zalecanego w/w. normą.

5.4. Oznaczanie zawartości zasad pirydynowych

5.4.1. Zasada metody
Metoda polega na ekstrakcji próbki kwasem siarkowym i odczytaniu przyrostu warstwy kwaśnej /w celu określenia przybliżonej zawartości 100 -procentowych zasad pirydynowych i wyliczenia ilości kwasu siarkowego potrzebnego do neutralizacji zasad przy wykonywaniu oznaczania właściwego/ oraz na destylacji normalnej surowego oleju pirydynowego /po oczyszczeniu z fenoli i olejów obojętnych i po odwodnieniu/ do temperatury 160°C.

5.4.2. Oznaczanie przybliżonej zawartości zasad pirydynowych 100-procentowych

5.4.2.1. Przyrządy

Cylinder pomiarowy pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem skalowany co 0,5 ml.

5.4.2.2. Odczynniki

a/ Benzen czysty

b/ Kwas siarkowy, cz.d.a. roztwór 20-procentowy

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml zawierającego 50 ml 20-procentowego kwasu siarkowego, pobrać z dobrze wymieszanej próbki 25 ml badanego produktu. Zawartość cylindra dokładnie wymieszać w ciągu 5 minut, pozostawić do odstania na okres 30 minut, po czym odczytać na cylindrze przyrost objętości kwasu. Wytwarzające się w czasie mieszania ciepło odprowadzić przez zraszanie cylindra wodą z kranu.

5.4.2.4. Obliczanie wyniku. Przybliżoną zawartość zasad /A/ w procentach, w przeliczeniu na produkt bezwodny, obliczyć wg wzoru 1.

$$A = \frac{/4V - X/ \cdot K \cdot 0,978}{\rho} \qquad /1/$$

w którym:

V - przyrost objętości kwasu, odczytany na cylindrze pomiarowym, ml

0,978 - gęstość średnia wydzielonych zasad pirydynowych, g/ml

ρ - gęstość badanego produktu, oznaczona wg 5.2., g/ml

X - zawartość wody w badanym produkcie oznaczana wg 5.3., %

K - empiryczny współczynnik kontrakcji 20-procentowego roztworu kwasu siarkowego w reakcji z zasadami pirydynowymi, który zależnie od ilości zasad w roztworze, t.zn. od wielkości przyrostu objętości kwasu w cylindrze pomiarowym, wynosi:

przy przyroście	do	10 ml	- 1,1
"		10-12 ml	- 1,12
"		12-15 ml	- 1,14
"		15-17 ml	- 1,16
"		17-20 ml	- 1,18

5.4.2.5. Ilość oznaczań. Wykonać jedno oznaczanie.

5.4.3. Oznaczanie zawartości zasad pirydynowych wrzących do 160°C

5.4.3.1. Przyrządy, aparatura

a/ Aparat do destylacji normalnej wg PN-64/C-97054 /dopuszcza się stosowanie kolby miedzianej okrągłodennej pojemności do 2000 ml/

b/ Rozdzielacze pojemności 3000 ml; 3 sztuki

c/ Rozdzielacz pojemności 500 ml

d/ Rozdzielacz pojemności 150 ml

e/ Kolba stożkowa pojemności 250 ml, 2 sztuki

f/ Termometr o zakresie pomiaru 50-250°C z elementarną działką co 1°C

g/ Termometr o zakresie pomiaru 50-170°C, z elementarną działką co 0,5°C.

5.4.3.2. Odczynniki i inne materiały

a/ Wodorotlenek sodowy w granulkach, cz.

b/ Kwas siarkowy, cz.d.a., roztwór 35-procentowy

c/ Wodorotlenek sodowy, cz.d.a., roztwór 30-procentowy

d/ Benzen czysty

e/ Nafta handlowa rafinowana

f/ Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 0,1-procentowy

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. W wytarowanej miedzianej okrągłodennej kolbie pojemności do 2000 ml odważyć na wadze technicznej 250 g badanego surowego oleju pirydynowego.

Po odważeniu próbki, wprowadzić do kolby 60 g stałego wodorotlenku sodowego, 50 ml nafty i oddestylować olej do rozdzielacza pojemności 3000 ml. Destylować poprzez deflegmator jednokulkowy i chłodnicę Liebiga do momentu pojawienia się w deflegmatorze białych dymów i obniżenia się w nim temperatury.
Do pomiaru temperatury użyć termometru wg 5.4.3.1. Sposobu destylacji nie normuje się.
Otrzymany destylat rozcieńczyć 50 ml benzenu i potraktować 35-procentowym kwasem siarkowym, w ilości wyliczonej z pomnożenia przez 3,5 wyniku dla zawartości zasad pirydynowych /A/, oznaczanych wg 5.4.2. /wzór 1/. Kwas dozować niewielkimi porcjami, chłodząc rozdzielacz strumieniem wody z kranu, przy jednoczesnym potrząsaniu rozdzielaczem w celu całkowitego wyekstrahowania zasad.
Po zakończeniu tych czynności rozdzielacz pozostawić na 30 minut w celu rozdzielenia się dwu warstw.

Dolną warstwę odpuścić do drugiego rozdzielacza pojemności 3000 ml, a warstwę górną potraktować dwiema porcjami kwasu po 15 ml o stężeniu jak wyżej, pozostawić na 30 minut do rozdzielenia się dwu warstw, po czym dolną warstwę dołączyć do poprzednio odpuszczonego roztworu.
Jeżeli odpuszczony roztwór nie jest klarowny, należy go przesączyć przez warstwę szklanej waty do następnego rozdzielacza tej samej pojemności, co poprzedni. Po przesączeniu, opróżniony rozdzielacz dokładnie przepłukać wodą destylowaną, kierując popłuczyny poprzez watę do przesączu.
Następnie zawartość rozdzielacza potraktować 30-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego, dozując go w sposób ciągły, chłodząc jednocześnie rozdzielacz strumieniem wody z kranu, przy jednoczesnym potrząsaniu rozdzielaczem w celu dokładnego wymieszania się roztworu.
Wodorotlenek dozować w obecności fenoloftaleiny do wyraźnego pojawienia się różowej barwy, po czym rozdzielacz pozostawić na 30 minut do rozdzielenia się dwu warstw.
Dolną warstwę odpuścić do kolby destylacyjnej, a górną do rozdzielacza pojemności 500 ml.
Z kolby oddesylować 75 ml destylatu do rozdzielacza pojemności

150 ml. Destylację prowadzić przy użyciu jednokulkowego deflegmatora i chłodnicy wg PN-64/C-97054 po czym destylat odwodnić przez traktowanie go granulkami stałego wodorotlenku sodowego; potrząsać rozdzielaczem tak długo póki granulki nie przestaną się rozpuszczać, następnie pozostawić rozdzielacz na 30 minut do rozdzielenia się dwu warstw, dolną warstwę odpuścić i odrzucić, a górną dołączyć do zawartości rozdzielacza pojemności 500 ml.

Znajdujące się w rozdzielaczu zasady, oczyszczone z olejów towarzyszących, odwodnić stałym wodorotlenkiem sodowym i rozdzielić jak wyżej, dolną warstwę odrzucić, a górną stanowiącą oczyszczone i odwodnione zasady pirydynowe, odpuścić do wytarowanej kolby stożkowej pojemności 250 ml i zważyć z dokładnością do 0,05 g.

Następnie pobrać i odważyć z tą samą dokładnością w kolbie do destylacji normalnej próbkę o masie 50 g i destylować w/g PN-64/C-97054, odbierając destylat do 160°C do wytarowanej kolby stożkowej pojemności 250 ml.

Do pomiaru temperatury oparów zastosować termometr wg 5.4.3.1.g/. Otrzymany destylat zważyć z dokładnością do 0,05 g.

5.4.3.4. Obliczenie wyniku. Zawartość zasad pirydynowych wrzących do 160°C /B/, w procentach, w przeliczeniu na bezwodny surowy olej pirydynowy, obliczyć wg wzoru 2.

$$B = \frac{m_1 \cdot 2\, m_2}{2{,}5\ /100-X/} \qquad /2/$$

w którym:

m_1 - masa oczyszczonych i odwodnionych zasad pirydynowych, g

m_2 - masa destylatu do 160°C, otrzymanego w wyniku destylacji normalnej, g

X - zawartość wody w surowym oleju pirydynowym, oznaczona wg 5.3., %.

5.4.3.5. Ilość oznaczań. Dla potrzeb ruchowych wystarcza jedno oznaczanie. Przy analizie produktu handlowego należy wykonać co najmniej dwa oznaczania, a za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników, nie różniących się więcej

niż o 5% wyniku niższego.

5.5. Obliczenie sumarycznej zawartości olejów obojętnych i kwaśnych. Zawartość olejów obojętnych i kwaśnych /C/ w procentach, obliczyć wg wzoru 3.

$$C = 100 - /0,4\ m_1 + X/ \qquad /3/$$

w którym:

m_1 - masa oczyszczonych i odwodnionych zasad pirydynowych, jak w 5.4.3.4.

X - zawartość wody w surowym oleju pirydynowym, oznaczona w procentach wg 5.3.

K O N I E C

HL/1910.

Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali

2 **BN-67/0512-01 Produkty węglopochodne Olej pirydynowy koksowniczy surowy** **zmiana 1**
29 5 70 r

X 32

Treść punktu **5 4 2 3** zmienia się następująco

5 4 2 3 Wykonanie oznaczania Do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml, zawierającego 50 ml 20-procentowego kwasu siarkowego i 25 ml benzenu cz, pobrać z dobrze wymieszanej probki 25 ml badanego produktu Zawartość cylindra dokładnie wymieszać w ciągu 5 min, pozostawic do odstania na okres 30 min, po czym odczytać na cylindrze przyrost objętości kwasu Wytwarzające się w czasie mieszania ciepło, odprowadzić przez zraszanie cylindra wodą z kranu

(Biuletyn PKN nr 1/71, poz 10)