

|                                    |                                                     |                                     |
|------------------------------------|-----------------------------------------------------|-------------------------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA                                      | BN-71                               |
|                                    | Produkty węglowodochodne<br>Frakcja pirokatechinowa | 0517-10                             |
|                                    |                                                     | Grupa katalogowa X 32 <sup>1)</sup> |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest frakcja pirokatechinowa wyodrębniona z produktów przeróbki węgla. Frakcja pirokatechinowa jest mieszaniną głównie pirokatechiny i jej pochodnych metylowych.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Frakcja pirokatechinowa znajduje zastosowanie w produkcji pirokatechiny i jej pochodnych oraz w syntezie garbników. Może być również stosowana jako inhibitor polimeryzacji i jako stabilizator benzyn pirolitycznych.

### 1.3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

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

PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

PN-67/C-97080 Produkty węglowodochodne. Oznaczanie zawartości olejów obojętnych i zasad piarydynowych

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

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

## 2. OZNACZENIE

FRAKCJA PIROKATECHINOWA BN-71/0517-10

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Frakcja pirokatechinowa powinna być mieszaniną cieczy i kryształów o barwie od fioletowej do fioletowoczarnej.

<sup>1)</sup> Symbol wg SWW: 1247-34.

## 3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

| Wymagania                                                                                   |      |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| a) Substancji strącanych octanem ołowowym w przeliczeniu na pirokatechinę, %, nie mniej niż | 65   |
| b) Olejów obojętnych, %, nie więcej niż                                                     | 1    |
| c) Wody, %, nie więcej niż                                                                  | 1    |
| d) Żelaza w przeliczeniu na Fe <sup>3+</sup> , %, nie więcej niż                            | 0,01 |

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Frakcję pirokatechinową należy dostarczać w cysternach zaopatrzonych w węzownicę grzejną lub w bębnach wg BN-69/5046-03 typu 1, podtypu 1, rodzaju 1, bez otworu dodatkowego w dnie, odmiany 5, pojemności 200 dm<sup>3</sup>.

Na cysternach z frakcją pirokatechinową należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkującego,
  - oznaczenie wg 2,
  - napis ostrzegawczy: OSTROŻNIE — ŚRODEK SZKODLIWY — wykonany czerwonymi literami na białym tle, zgodnie z PN-67/O-79252.
- Na bębnach z frakcją pirokatechinową należy umieścić napis zawierający co najmniej:
- nazwę lub znak zakładu produkującego,
  - oznaczenie wg 2,
  - masę brutto i netto,
  - nr partii,
  - napis ostrzegawczy: OSTROŻNIE — ŚRODEK SZKODLIWY — wykonany czerwonymi literami na białym tle, zgodnie z PN-67/O-79252.

**4.2. Przechowywanie.** Frakcję pirokatechinową należy przechowywać w szczelnych bębnach w pomieszczeniach zamkniętych, wentylowanych z dala od urządzeń grzejących lub pod zadasze-

Zjednoczenie Przemysłu Azotowego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Azotowego dnia 6 sierpnia 1971 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 kwietnia 1972 r.

(Mon. Pol. nr 53/1971 poz. 348)

niem. Bębny ustawiać otworem do góry w jednej lub kilku warstwach zabezpieczonych klinami przed przesuwaniem się.

W przypadku ustawiania bębnow w kilku warstwach, każdą warstwę należy przedzielić deskami. Frakcję pirokatechinową można przechowywać na wolnym powietrzu w zbiornikach zaopatrzonych w węzownice grzejne.

**4.3. Transport.** Frakcję pirokatechinową należy dostarczać w cysternach kolejowych zaopatrzonych w węzownice do ogrzewania, spusty do opróżniania z podwójnym zamknięciem (zawór pionowy i zawór boczny).

Frakcję pirokatechinową w bębnach należy przewozić krytymi środkami transportu, ustawiając je ściśle obok siebie otworem do góry i zabezpieczając przed przesuwaniem się klinami przybitymi do podłogi.

W wagonie kolejowym dopuszcza się ustawienie bębnow w kilku warstwach.

## 5. BADANIA

**5.1. Rodzaje badań.** Badania obejmują:

- oznaczanie zawartości substancji strącanych octanem ołowiawym w przeliczeniu na pirokatechinę,
- oznaczanie zawartości olejów obojętnych,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie zawartości żelaza w przeliczeniu na  $\text{Fe}^{3+}$ .

**5.2. Wielkość partii.** Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny lub najwyżej 60 bębnow napełnionych z jednego zbiornika magazynowego.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500.

Próbki należy pobierać z produktu w stanie ciekłym. W przypadku cystern, próbki należy pobierać u producenta zaraz po napełnieniu, a u odbiorcy po uprzednim podgrzaniu do całkowitego rozpuszczenia. W przypadku partii produktu w bębnach, w zależności od jej liczności, należy wybrać do pobrania próbek w sposób losowy (przypadkowy) liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

| Liczba opakowań w partii | Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek |
|--------------------------|---------------------------------------------------------|
| do 15                    | 5                                                       |
| 16 ÷ 25                  | 7                                                       |
| 26 ÷ 60                  | 8                                                       |

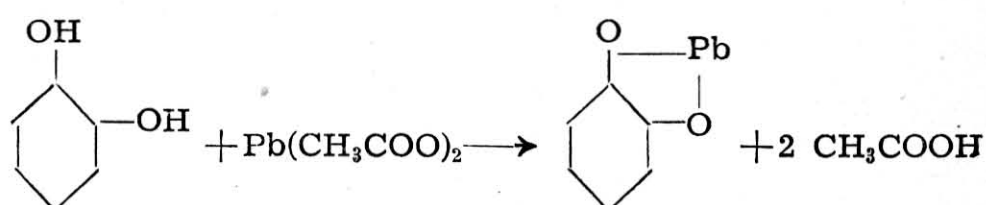
Próbki pierwotne z cystern i beczek należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60008, z całej wysokości słupa cieczy.

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać po 2 próbki pierwotne, każdą o objętości co najmniej 100 cm<sup>3</sup>. Próbki pierwotne należy zlać do czystego naczynia. Tak otrzymaną próbkę ogólną należy dobrze wymieszać, a w przypadku wydzielenia się kryształów należy ją podgrzać. Z próbki ogólnej należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie 1000 cm<sup>3</sup>. Średnią próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznacza się do badań, a drugą przechowuje się do analizy rozjemczej przez 6 tygodni w przypadku dostaw krajowych, a w przypadku eksportu przez 3 miesiące, licząc od daty wysyłki.

## 5.4. Opis badań

### 5.4.1. Oznaczanie zawartości substancji strącanych octanem ołowiawym w przeliczeniu na pirokatechinę

**5.4.1.1. Zasada metody** polega na strącaniu pirokatechiny i jej pochodnych metylowych obojętnym roztworem octanu ołowiawego w postaci pirokatechinianu ołowiawego. Izomeryczne dwuwodorotlenowe fenole (hydrochinon i rezorcyna) tworzą w tych warunkach nierozpuszczalne sole ołowiu. Reakcja przebiega następująco:



### 5.4.1.2. Odczynniki i roztwory

- Octan sodowy ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) cz.d.a.
- Octan ołowiawy [ $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ] cz.d.a.
- Roztwór do strącania: 200 g octanu ołowiawego i 170 g octanu sodowego należy rozpuścić w 1000 cm<sup>3</sup> wody i przesączyć przez azbest.
- Woda destylowana wolna od  $\text{CO}_2$  wg PN-68/C-06500 p. 2.2.37.

**5.4.1.3. Wykonanie oznaczania.** Odważyć około 0,5 g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> gorącej wody wolnej od  $\text{CO}_2$ , przesączyć do zlewki pojemności 400 cm<sup>3</sup> przez tygiel ze spiekanego szkła G2 i przemyć bardzo gorącą wodą. Do przesączonego gorącego roztworu dodać 50 cm<sup>3</sup> roztworu do strącania, przy czym roztwór należy stale mieszać. Pozostawić pod przykryciem na 15 min, ogrzać do wrzenia i sączyć pod próżnią na gorąco przez tygiel ze spiekanego szkła G4 uprzednio doprowadzony do stałej masy. Przemyć kilka razy wodą (łącznie objętość wody około 250 cm<sup>3</sup>). Tygiel wraz z osadem suszyć do stałej masy w temperaturze 100 ÷ 105°C (około 2,5 ÷ 3 godz).

Zawartość substancji strącanych octanem ołowiatowym w procentach w przeliczeniu na pirokatechinę ( $X_1$ ) należy obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 0,3491 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- $m$  — odważka badanej próbki, g,
- $m_1$  — masa osadu pirokatechinianu ołowiatowego po wysuszeniu, g,
- 0,3491 — współczynnik przeliczeniowy pirokatechinianu ołowiatowego na pirokatechinę.

**5.4.1.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,3 wartości bezwzględnej.

**5.4.2. Oznaczanie zawartości olejów obojętnych** — wg PN-67/C-97080.

**5.4.3. Oznaczanie zawartości wody** — wg PN-66/C-04523.

**5.4.4. Oznaczanie zawartości żelaza**

**5.4.4.1. Zasada metody** polega na spopieleniu badanej próbki, rozpuszczeniu tlenku żelazowego i kolorymetrycznym oznaczaniu żelaza.

**5.4.4.2. Odczynniki i roztwory**

- a) Azotan amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- b) Kwas azotowy (1,4) cz.d.a.
- c) Kwas solny (1,18) cz.d.a., roztwór 1 : 1.
- d) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- e) Roztwór wzorcowy żelaza trójwartościowego przygotowany wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.57. Roztwór wzorcowy należy rozcieńczyć w taki sposób, aby 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawierał 0,01 mg Fe<sup>3+</sup>.

**5.4.4.3. Wykonanie oznaczania.** W tyglu kwarcowym lub porcelanowym odważyć 3 ÷ 5 g badanej próbki z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość tygla spopielić na małym płomieniu do zaniku dymów. Następnie prażyć przez 15 min pod przykryciem, a 90 min bez przykrycia. Po ochłodzeniu zwilżyć zawartość tygla roztworem azotanu amonowego, wysuszyć i prażyć przez 30 min.

Dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego oraz kilka kropli kwasu azotowego i ogrzewać łagodnie do rozpuszczenia osadu. Zawartość tygla przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup> i uzupełnić zawartość kolby wodą destylowaną do kreski, a następnie wymieszać.

Do jednego z cylindrów Nesslera odmierzyć 25 cm<sup>3</sup> badanego roztworu, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego i wymieszać, następnie dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu rodanku amonowego, uzupełnić wodą do 100 cm<sup>3</sup> i dokładnie wymieszać.

Do drugiego takiego samego cylindra Nesslera odmierzyć 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, 10 cm<sup>3</sup> roztworu rodanku amonowego, 80 cm<sup>3</sup> wody i wymieszać. Miareczkować z biurety pojemności 10 cm<sup>3</sup> przy stałym mieszaniu roztworem wzorcowym żelaza do uzyskania jednakowej barwy w obu cylindrach.

Zawartość żelaza w frakcji pirokatechinowej ( $X_2$ ) należy obliczyć w procentach w przeliczeniu na Fe<sup>3+</sup> wg wzoru

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 1000 \cdot 100}{25 \cdot 1000 \cdot m} = \frac{V \cdot 0,04}{m} \quad (2)$$

w którym:

- $V$  — objętość wzorcowego roztworu żelaza zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,
- $m$  — odważka badanej frakcji pirokatechinowej, g,
- 0,01 — ilość żelaza zawarta w 1 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego, mg.

**5.4.4.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników nie różniących się między sobą więcej niż 20% wyniku niższego.

**5.5. Ocena wyników badań.** Partię frakcji pirokatechinowej należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki pobranej wg 5.3 są zgodne z wymaganiami podanymi w 3.2.

**5.6. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań.** Dla każdej partii produktu uznanej za zgodną z wymaganiami normy należy wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o jakości, w którym m.in. należy podać wyniki badań oraz orzeczenie zgodności produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-71/0517-10

Niniejsza norma zastępuje ZN-66/MPCh/SCh-372.