wycof 1-01.91
10/90 p 23
ob. 90/6191-79
6198

UKD 547.263/265-41 SWW 1331-429 i 1331-119

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	NORMA BRANŻOWA Odczynniki **Wyższe alkohole: *n*-propylowy, izobutylowy i izoamylowy**	**BN-76** **6191-79** Zamiast BN-66/6191-79 Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są wyższe alkohole ***n***-propylowy, izobutylowy I-rzędowy i izoamylowy I-rzędowy /mieszanina 3-metylobutanolu w ilości 70 ÷ 85% oraz 2-metylobutanolu w ilości 15 ÷ 30% /stosowane jako odczynniki chemiczne. Wzory sumaryczne, wzory budowy, masy cząsteczkowe i inne nazwy wg tabl. 1.

Tablica 1

Wyszczególnienie	Alkohol ***n***-propylowy	Alkohol izobutylowy I-rzędowy	Alkohol izoamylowy I-rzędowy
Wzór sumaryczny	C_3H_8O	$C_4H_{10}O$	$C_5H_{12}O$
Wzór budowy	$CH_3CH_2CH_2OH$	$(H_3C)_2CHCH_2OH$	$(H_3C)_2CHCH_2CH_2OH$ i $CH_3CH_2CH(CH_3)CH_2OH$
Masa cząsteczkowa	60,09	74,12	88,15
Inna nazwa	***n***-propanol	izobutanol, 2-metylopropanol	alkohol amylowy, pentanol, metylobutanol

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłu Spirytusowego POLMOS
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłu Spirytusowego POLMOS
dnia 26 lutego 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
od dnia 1 października 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1976 poz. 30)

WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE 1976 Wpływ do WN 4.3.76. Oddano do składu 15.3.76. Cena zł 10,80
Druk ukończono w maju 76. Obj. 1,40 ark. wyd. Nakład 2500+54 egz. Zam. 726/76

1.2. Określenia - wg PN-74/A- 79021 i BN-70/C-80047.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. Rozróżnia się następujące gatunki wyższych alkoholi - odczynników:

- alkohol *n*-propylowy czysty /cz./ i czysty do analizy /cz.d.a./

- alkohol izobutylowy czysty /cz./ i czysty do analizy /cz.d.a./

- alkohol izoamylowy czysty /cz./, czysty do analizy /cz.d.a./ i czysty wg Gerbera /cz. wg Gerbera/.

2.2. Przykład oznaczenia alkoholu izobutylowego czystego:

ALKOHOL IZOBUTYLOWY cz. BN-76/6191-79

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania fizykochemiczne - wg tabl. 2 na str. 3 i 4.

3.2. Napełnianie. Rzeczywista ilość alkoholu etylowego w butelce w temperaturze 20°C może się różnić od ilości podanej na etykiecie nie więcej niż o 1%.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Wyższe alkohole należy rozlewać do butelek wg BN-65/6831-13, pojemności 1,0; 0,5 i 0,25 dm^3.

Butelki należy zamykać nakrętkami z mas plastycznych, wewnątrz których powinna się znajdować podkładka uszczelniająca, wykonana z polietylenu. Zamknięcie butelek powinno być szczelne i odpowiednio zabezpieczone przed ewentualnym zafałszowaniem wyrobu.

Na butelkach powinny być naklejone etykiety zgodnie z PN-70/C-80001.

Po porozumieniu dostawcy z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowań.

Tablica 2

Lp.	Wymagania	Alkohol *n*-propylowy		Alkohol izobutylowy		Alkohol izoamylowy		
		cz.	cz.d.a.	cz.	cz.d.a.	cz.	cz.d.a.	cz. wg Gerbera
1	Wygląd zewnętrzny	bezbarwna klarowna ciecz						
2	Zawartość głównego składnika w przeliczeniu na alkohol 100°, %wag, nie więcej niż	99	99	99	99	99	99	nie normalizuje się
3	Gęstość w temperaturze 20°C d_4^{20}	0,802÷0,805	0,8025÷0,8037	0,801÷0,805	0,8015÷0,8035	0,809÷0,812	0,8100÷0,8120	0,809÷0,812
4	Granice wrzenia, °C, w których powinno przedestylować co najmniej 95% obj.	96÷99	96,5÷98,5	106÷109	107÷109	128÷132	130÷132	128÷132
5	Współczynnik załamania światła n_D^{20}	1,383÷1,386	1,3840÷1,3860	1,393÷1,397	1,3940÷1,3960	1,406÷1,408	1,4070÷1,4080	1,406÷1,408
6	Zawartość kwasów i estrów, %, nie więcej niż	0,06	0,02	0,06	0,02	0,06	0,02	0,06
7	Zawartość aldehydów /jako aldehyd izowalerianowy/, %, nie więcej niż	0,02	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01	nie normalizuje się

cd. tabl. 2

Lp.	Wymagania	Alkohol *n*-propylowy		Alkohol izobutylowy		Alkohol izoamylowy		
		cz.	cz.d.a.	cz.	cz.d.a.	cz.	cz.d.a	cz. wg Gerbera
8	Alkaliczność	powinien odpowiadać wymaganiom wg 5.3.9						
9	Pozostałość po odparowaniu, %, nie więcej niż	0,001	0,0005	0,001	0,0005	0,001	0,0005	0,001
10	Zawartość pirydyny	nie normalizuje się				0,01	nie więcej niż 0,000004%	nie normalizuje się
11	Zawartość wody, %, nie więcej niż	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4	0,3	0,4
12	Zanieczyszczenia fluoryzujące	powinien odpowiadać wymaganiom wg 5.3.14						nie normalizuje się
13	Rozpuszczalność w wodzie	powinien odpowiadać wymaganiom wg 5.3.15						
14	Zawartość furfurolu, %, nie więcej niż	nie normalizuje się				0,003	0,0001	nie normalizuje się
15	Próba z kwasem siarkowym	powinien odpowiadać wymaganiom wg 5.3.16						nie normalizuje się
16	Próba na zawartość tłuszczu	nie normalizuje się						ujemna

4.2. Przechowywanie - wg PN-70/C-80001.

4.3. Transport - wg PN-70/C-80001 z tym, że butelki z wyższymi alkoholami owinięte papierem falistym należy przewozić w skrzynkach /najlepiej drewnianych/ wg BN-65/7161-23 zabezpieczonych przed opadami atmosferycznymi.

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania pełne obejmują:

a/ sprawdzanie stanu opakowań i wyglądu zewnętrznego,

b/ sprawdzanie napełniania,

c/ oznaczanie zawartości głównego składnika,

d/ oznaczanie gęstości,

e/ oznaczanie granic wrzenia,

f/ oznaczanie współczynnika załamania światła,

g/ oznaczanie zawartości kwasów i estrów,

h/ oznaczanie zawartości aldehydów,

i/ oznaczanie alkaliczności,

j/ oznaczanie pozostałości po odparowaniu,

k/ oznaczanie zawartości pirydyny,

l/ oznaczanie zawartości wody,

ł/ oznaczanie zanieczyszeń fluoryzujących,

m/sprawdzanie rozpuszczalności w wodzie,

n/ oznaczanie zawartości furfurolu,

o/ próbę z kwasem siarkowym,

p/ próbę na zawartość tłuszczu.

Badania pełne należy przeprowadzać co najmniej raz w miesiącu, z każdej szarży produkcyjnej, przy każdej zmianie stosowanych surowców i metod technologicznych, na żądanie odbiorcy oraz w przypadku badań rozjemczych.

5.1.2. Badania niepełne obejmują sprawdzania wg 5.1.1a/, b/, d/, e/, f/, oraz h/.

Badania niepełne należy przeprowadzać dla każdej partii alkoholu.

5.2. Pobieranie próbek

5.2.1. Pobieranie próbek z butelek

5.2.1.1. Pobieranie próbek do sprawdzenia stanu opakowań, wyglądu zewnętrznego oraz napełnienia. Z partii alkoholu pobrać losowo liczbę skrzynek wg tabl. 3. Z każdej wybranej w ten sposób skrzynki pobrać losowo po jednej butelce.

Tablica 3

Liczba skrzynek w partii	do 5	6 ÷ 15	16 ÷ 25	26 ÷ 63	64 ÷ 160	Powyżej 160
Liczba skrzynek do pobrania próbek	wszystkie	5	10	15	25	40

5.2.1.2. Przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Po sprawdzeniu nalewów należy alkohol przelać do osobnego naczynia, dokładnie wymieszać, po czym 1 dm^3 alkoholu wlać do dwóch czystych i suchych lub popłukanych badanym alkoholem butelek pojemności 0,5 dm^3 ze szkła bezbarwnego zamykanych zakrywkami.

Zawartość butelek przeznaczyć do badań laboratoryjnych. Butelki po zamknięciu powinny być zabezpieczone przed zmianą zawartości oraz powinny mieć nalepkę stanowiącą jednocześnie protokół z pobrania próbki. Może być również sporządzony odrębny protokół z pobrania próbki. Nalepka lub protokół powinny zawierać co najmniej następujące dane:

a/ oznaczanie wg 2.2,

b/ nazwę zakładu produkcyjnego,

c/ wielkość próbki,

d/ wielkość partii,

e/ datę i miejsce pobrania próbek,

f/ nazwiska i podpisy osób pobierających próbki.

5.2.2. Pobieranie próbek z innych opakowań. Próbkę ogólną sporządzić wg PN-74/A-79527 p. 2.3, a następnie przygotować średnią próbkę laboratoryjną wg 5.2.1.2.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie stanu opakowań i wyglądu zewnętrznego. Oględziny próbek pobranych wg 5.2.1 wykonać wzrokowo /nieuzbrojonym okiem/ w rozproszonym świetle dziennym. W celu sprawdzenia klarowności i barwy badany alkohol należy przelać do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy około 2 cm, aby wy-

sokość słupa cieczy wynosiła nie mniej niż 10 cm i oglądać ciecz wzdłuż osi naczynia. Ponadto należy ocenić jakość i estetykę butelki, etykiety i zamknięcia.

5.3.2. Sprawdzenie napełnienia. Butelki z alkoholem pobrane wg 5.2.1 należy umieścić w kąpieli wodnej o temperaturze 20°C na okres co najmniej 1 godz, następnie przelać do suchych cylindrów pomiarowych wycechowanych w centymetrach sześciennych w temperaturze 20°C. /Cylindry powinny być zalegalizowane przez Okręgowe Urzędy Miar/. Butelki należy pozostawić nad cylindrami przez 5 min odwrócone dnem do góry w celu ich właściwego opróżnienia, po czym odczytać na skali cylindra objętość alkoholu.

5.3.3. Oznaczanie zawartości głównego składnika

5.3.3.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na rozdzielaniu badanych produktów metodą chromatografii gazowej i obliczaniu zawartości występujących w nich zanieczyszeń, których łączną ilość wyrażoną w % wag. należy odjąć od 100% i w ten sposób wyliczyć zawartość głównego składnika. Oznaczanie wykonać metodą chromatografii gazowej, stosując metodę wzorca wewnętrznego.

5.3.3.2. Aparatura i przyrządy

a/ Chromatograf gazowy z detektorem jonizacyjno-płomieniowym albo detektorem jonizacyjnym argonowym i rejestratorem.

b/ Kolumna chromatograficzna o średnicy wewnętrznej 4 mm i długości 3 m, wypełniona sebacynianem dwuetyloheksylu naniesionym w ilości 12% na chromosorb w 30 ÷ 60 mesh.

c/ Mikrostrzykawka.

5.3.3.3. Odczynniki i roztwory

a/ Argon spawalniczy sprężony.

b/ Azot techniczny sprężony.

c/ Wodór techniczny sprężony.

d/ Powietrze sprężone.

e/ Wzorzec wewnętrzny pentanol 2. Roztwór wzorcowy należy przygotować w następujący sposób: do kolby pomiarowej pojemności 50 cm^3 odważyć około 0,05g pentanolu 2 - wzorca do chromatografii gazowej i następnie dodać do niej 20 cm^3 badanego alkoholu. Próbkę dobrze wymieszać i używać do oznaczań ilościowych.

5.3.3.4. Warunki pomiaru chromatograficznego

a/ Temperatura kolumny 72°C.

b/ Temperatura przegrzewacza 155°C.

c/ Przepływ gazu nośnego /argonu/ 58 cm^3/min.

d/ Przepływ gazu nośnego /azotu/ 60 cm^3/min.

e/ Napięcie 800 V /dla detektora argonowego/.

f/ Przepływ wodoru i powietrza ustalić zgodnie z instrukcją aparatu.

g/ Przesuw taśmy rejestratora 20 cm/godz.

5.3.3.5. Wykonanie oznaczania. Wprowadzić do kolumny chromatograficznej za pomocą mikrostrzykawki 1 μdm^3 roztworu wzorcowego wg 5.3.3.3e/ i zarejestrować pik pentanolu 2 przy takiej czułości, aby jego wysokość wynosiła 25-30% szerokości taśmy rejestracyjnej. Zarejestrować chromatogram do momentu wykreślenia ostatniego piku.

Czas rejestrowania jednego chromatogramu wynosi:

dla alkoholu *n*-propylowego - 25 min,

dla alkoholu izobutylowego - 30 min,

dla alkoholu izoamylowego - 40 min.

Wykonać co najmniej 2 chromatogramy.

5.3.3.6. Obliczanie wyników. Obliczyć powierzchnie pików wzorca wewnętrznego i zanieczyszczeń badanego alkoholu mnożąc wysokość piku przez szerokość w połowie wysokości. Zawartość poszczególnych zanieczyszczeń w procentach wag. obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{P_p \cdot m \cdot 100}{P_w \cdot m_1}$$

w którym:

P_p - powierzchnia piku zanieczyszczenia, mm^2,

m - odważka wzorca wewnętrznego, g,

P_w - powierzchnia piku wzorca wewnętrznego, mm^2,

m_1 - odważka badanej próbki, g.

5.3.3.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wartości średniej.

5.3.3.8. Obliczanie zawartości głównego składnika. Zawartość głównego składnika /*A*/ w procentach wag. dla każdego badanego alkoholu należy wyliczyć wg wzoru

$$A = 100 - X_s$$

w którym:

X_s - łączna zawartość zanieczyszczeń obliczona przez zsumowanie zawartości poszczególnych zanieczyszczeń wyliczonych wg 5.3.3.6.

5.3.4. Oznaczanie gęstości. Gęstość należy oznaczać za pomocą piknometru pojemności 50 cm^3 w temperaturze 20°C /w stosunku do wody w temperaturze 4°C/ wg PN-71/A-79528.

Przy oznaczaniu gęstości wyższego alkoholu czystego dopuszcza się stosowanie areometru. W tym celu należy 100 ÷ 150 cm^3 wyższego alkoholu wlać do szklanego cylindra, wstawić do termostatu wodnego, nastawić na 20°C /przy termometrze zanurzonym w alkoholu/ i oznaczać gęstość areometrem z działką elementarną co 0,001 g/cm^3.

5.3.5. Oznaczanie objętości destylatu przechodzącego w granicach temperatur podanych w rozdz. 2

5.3.5.1. Aparatura i przyrządy

a/ Barometr.

b/ Chłodnica szklana długości całkowitej 600 ±20 mm i długości płaszcza wodnego 400 ±10mm. Koniec chłodnicy powinien być zagięty pod kątem 105 ±5°, długość zagiętej końcówki mierzona od osi chłodnicy powinna wynosić 80 ±20 mm.

c/ Cylinder pomiarowy pojemności nominalnej 100 cm^3 i działce elementarnej co 1 cm^3.

d/ Kolba destylacyjna wg PN-70/C-04955.

e/ Lupa.

f/ Osłona palnika wg PN-67/C-04010 jak dla benzyny.

g/ Palnik z regulacją płomienia.

h/ Sekundomierz.

i/ Termometry rtęciowe o zakresie pomiarowym obejmującym temperatury dla alkoholu *n*-propylowego: 95 ÷ 100°C, dla alkoholu izobutylowego: 100÷115°C, dla alkoholu izoamylowego: 125 ÷ 135°C z działką co 1°C oraz działką co 0,1 lub 0,2°C.

Termometry powinny być sprawdzone metodą porównania, zgodnie z PN-70/C-04955 w następujących punktach:

termometr dla alkoholu *n*-propylowego 95, 97, 99°C,

termometr dla alkoholu izobutylowego 106, 107, 108 i 109°C,

termometr dla alkoholu izoamylowego 127, 129 i 131°C.

Zaleca się stosowanie termometrów skróconych.

j/ Termometr pomocniczy o zakresie pomiarowym 0 ÷ 100°C i działce elementarnej co 1°C do oznaczania poprawki na występujący słup rtęci.

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. Za pomocą cylindra pomiarowego odmierzyć w temperaturze pokojowej 100 cm^3 badanego alkoholu i wlać do suchej kolby destylacyjnej, wrzucając równocześnie do niej kilka kawałków nie pokrytej szkliwem porcelany lub pumeksu.

Zestawić przyrząd do destylacji. Termometr powinien być uprzednio sprawdzony i mieć działkę co 0,1 lub co 0,2°C; w przypadku braku takiego termometru dopuszcza się stosowanie termometru z działką co 1°C sprawdzonego przez porównanie z termometrem wzorcowym o działce co 0,1°C.

Po zestawieniu aparatu zapalić palnik, uruchomić chłodnicę i uregulować płomień w taki sposób, aby pierwsza kropla destylatu spadła nie prędzej niż po 5 min i nie później niż po 10 min od rozpoczęcia ogrzewania.

Jako odbieralnik należy stosować cylinder pomiarowy, w którym odmierzono badany produkt. Cylindra nie osuszać. Za początkową temperaturę wrzenia /początek destylacji/należy przyjąć temperaturę, przy której spadnie z chłodnicy do cylindra pierwsza kropla destylatu. Koniec chłodnicy powinien znajdować się powyżej kreski oznaczającej 100 cm^3 w cylindrze. Szybkość destylacji powinna być stała i wynosić 2 krople na sekundę, tj. około 4 cm^3 na minutę. Oprócz temperatury początku destylacji należy odczytać temperatury, przy których przedestyluje do odbieralnika: 2; 5; 95 i 97 cm^3. Po przedestylowaniu 97 cm^3 ogrzewanie należy przerwać.

Po przedestylowaniu do odbieralnika 50 cm^3 badanego alkoholu należy zawiesić termometr pomocniczy obok termometru osadzonego w korku, tak aby zbiorniczek rtęci termometru pomocniczego znajdował się na poziomie środka słupka rtęci wystającego ponad korek.

Po przedestylowaniu 60 cm^3 należy odczytać temperaturę na termometrze pomocniczym i odczytać stan barometru. Po upływie 10 min od zakończenia destylacji zawartość kolby należy przelać do cylindra i odczytać objętość płynu. Jeżeli objętość jest mniejsza niż 99 cm^3, należy uszczelnić wszystkie połączenia w aparaturze i destylację powtórzyć uznając poprzednie wyniki za niewłaściwe.

5.3.5.3. Obliczanie rzeczywistej temperatury wrzenia t_{rz}. Rzeczywistą temperaturę wrzenia t_{rz} obliczyć w stopniach Celsjusza wg wzoru

$$t_{rz} = t \pm \Delta_1 t \pm \Delta_2 t + \Delta_3 t = t \pm \Delta_1 t + 0{,}00016\, n\, (t - t_1) + a\, (760 - B)$$

w którym:

$\Delta_1 t$ -poprawka wynikająca z porównania termometru zastosowanego z termometrem wzorcowym,

$\Delta_2 t$ -poprawka na wystający słup rtęci,

$\Delta_3 t$ -poprawka na ciśnienie barometryczne,

t -zaobserwowana temperatura wrzenia w określonym punkcie,

0,00016 -współczynnik pozornej rozszerzalności rtęci w szkle,

n - wysokość słupa rtęci wystającego ponad korek, stopnie skali termometru,

t_1 -temperatura odczytana na termometrze pomocniczym po przedestylowaniu 60 cm^3 alkoholu, ^oC,

a -zmiana temperatury wrzenia alkoholu przy zmianie ciśnienia o 1 mm słupa rtęci, ^oC, wynosząca dla:

alkoholu n-propylowego - 0,034,

izobutylowego - 0,037,

izoamylowego - 0,04,

B -ciśnienie barometryczne w czasie oznaczania zredukowane do temperatury 0^oC, mm słupa Hg - wg poprawek podanych w tabl. 4.

Tablica 4

Redukcja stanu barometru do 0^oC					
Temperatura ^oC	Odczytany stan barometru, mm słupa Hg				
	730	740	750	760	770
11	1,31	1,33	1,34	1,36	1,38
12	43	45	47	49	51
13	55	57	59	61	63
14	66	69	71	73	76
15	78	81	83	86	88
16	1,90	1,93	1,95	1,98	2,01
17	2,02	2,05	2,08	2,10	13
18	13	17	20	23	26
19	26	29	32	35	38
20	38	41	44	47	51

cd. tab. 4

Redukcja stanu barometru do 0°C					
Temperatura °C	Odczytany stan barometru, mm słupa Hg				
	730	740	750	760	770
21	2,49	2,53	2,56	2,60	2,63
22	61	65	69	72	76
23	73	77	81	84	88
24	85	89	93	97	3,00
25	97	3,01	3,05	3,09	13

5.3.5.4. Dopuszczalna różnica między wynikami. Należy wykonać co najmniej 2 oznaczania nie różniące się w zaobserwowanych temperaturach wrzenia po przedestylowaniu 2, 5, 95 i 97 cm^3 destylatu o więcej niż 0,2°C.

5.3.5.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczań zgodnych z 5.3.5.4. Następnie wykonać krzywą destylacji w układzie: temperatura - objętość destylatu i sprawdzić, czy w przewidzianych w rozdz. 3 granicach wrzenia znajduje się co najmniej 95% destylatu.

5.3.6. Współczynnik załamania światła określić w refraktometrze typu Abbego lub w refraktometrze zanurzeniowym w temperaturze 20°C.

5.3.7. Oznaczanie zawartości kwasów i estrów

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a/ Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

b/ Kwas solny lub siarkowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

c/ Spirytus rektyfikowany wyborowy - wg PN-74/A-79522.

d/ Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby pojemności 250 cm^3 wlać 50 cm^3 wyższego alkoholu, 50 cm^3 spirytusu rektyfikowanego wyborowego zobojętnionego wobec fenoloftaleiny, 10 cm^3 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego oraz kilka kropel roztworu fenoloftaleiny.

Zawartość kolby ogrzewać przez 15 min pod chłodnicą zwrotną, utrzymując w ciągu tego czasu płyn w stanie łagodnego wrzenia. Przed zakończeniem ogrzewania zabezpieczyć wylot chłodnicy rurką z wapnem sodowym i po ostudzeniu płynu, odmiareczkować nadmiar ługu roztworem 0,1 N kwasu. Następnie do innej

kolby wlać 10 cm^3 0,1 N wodorotlenku sodowego, dodać kilka kropel roztworu fenoloftaleiny i odmiareczkować 0,1 N kwasem.

5.3.7.3. Obliczanie wyniku. Obliczyć różnicę zużycia kwasu na odmiareczkowanie 10 cm^3 0,1 N wodorotlenku sodowego w ślepej próbce i zużycia kwasu na odmiareczkowanie wodorotlenku sodowego w probówce z alkoholem po ogrzewaniu.

5.3.7.4. Wynik końcowy oznaczania. Wyższe alkohole odpowiadają wymaganiom określonym w normie, jeżeli różnica obliczona wg 5.3.7.3 nie przekracza liczb podanych w tabl. 5.

Tablica 5

Odczynnik	Alkohol *n*-propylowy cm^3	Alkohol izobutylowy cm^3	Alkohol izoamylowy cm^3
cz.	2,4	2,1	1,9
cz.d.a.	0,8	0,7	0,6

1 ml 0,1 N wodorotlenku sodowego /NaOH/ odpowiada 0,0102 g octanu propylu /$C_3H_7COOCH_3$/, 0,0116 g octanu butylu /$C_4H_9COOCH_3$/ i 0,013 g octanu amylu /$C_5H_{11}COOCH_3$/.

5.3.8. Oznaczanie zawartości aldehydów

5.3.8.1. Zasada oznaczania polega na porównaniu zabarwienia powstałego przez reakcję aldehydów z odczynnikiem fuksynosiarkowym w badanym alkoholu i roztworach wzorcowych zawierających znane ilości aldehydu izowalerianowego.

5.3.8.2. Przyrządy. Probówki z dnem płaskim o jednakowej średnicy z bezbarwnego szkła, z doszlifowanymi korkami, ponumerowane pojemności około 20 cm^3 każda, z kreską przy 10; 12 i 14 cm^3.

5.3.8.3. Odczynniki i roztwory

a/ Aldehyd izowalerianowy cz.d.a., roztwór wzorcowy podstawowy: do zważonej z dokładnością do 0,0002 g ampułki szklanej odważyć 1,6 g aldehydu izowalerianowego, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 i dopełnić do kreski spirytusem luksusowym. Tak przygotowany roztwór zawiera 2% aldehydu izowalerianowego.

b/ Aldehyd izowalerianowy cz.d.a., roztwory wzorcowe robocze: przez roz-

cieńczenie roztworu wzorcowego podstawowego spirytusem luksusowym, sporządzić roztwory wzorcowe robocze zawierające 0,2; 0,02; 0,01 i 0,08% aldehydu izowalerianowego.

c/ Odczynnik Schiffa sporządzony wg PN-71/A-79528.

d/ Spirytus rektyfikowany wyborowy i luksusowy wg PN-74/A-79528.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. Do probówki z płaskim dnem z korkiem doszlifowanym wlać 5 cm^3 badanego alkoholu, dodać 5 cm^3 spirytusu rektyfikowanego wyborowego, 2 cm^3 wody oraz 1 cm^3 odczynnika Schiffa i wymieszać. Po 20 min powstałe zabarwienie porównać z zabarwieniem wzorcowych roztworów aldehydu izowalerianowego, z którymi postępowano w identyczny sposób /tj. 5 cm^3 roztworu wzorcowego + 5 cm^3 rektyfikatu wyborowego + 2 cm^3 wody +1cm^3 odczynnika Schiffa/.

Badany alkohol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie nie jest ciemniejsze od zabarwienia powstałego z odpowiednich roztworów wzorcowych.

5.3.9. Oznaczanie alkaliczności

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a/ Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

b/ Kwas siarkowy lub solny cz.d.a., roztwór 0,01 N.

c/ Spirytus rektyfikowany zwykły - wg PN-74/A-79522.

5.3.9.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 200 cm^3 odmierzyć pipetą 50 cm^3 badanego alkoholu oraz dodać 50 cm^3 spirytusu rektyfikowanego zwykłego zobojętnionego wobec fenoloftaleiny, po czym dodać około 0,3 cm^3 roztworu fenoloftaleiny, wymieszać i jeżeli płyn zabarwi się na różowo, miareczkować 0,01 N kwasem aż do zniknięcia zabarwienia.

Badany alkohol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli do miareczkowania zużyje się najwyżej:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,4 cm^3 0,01 N kwasu siarkowego /H_2SO_4/ lub kwasu solnego /HCl/,

dla odczynnika cz. - 1 cm^3 0,01 N kwasu siarkowego /H_2SO_4/ lub kwasu solnego /HCl/.

5.3.10. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu. 250 cm^3 /200 g/ wyższego alkoholu cz. lub 500 cm^3 /400 g/ wyższego alkoholu cz.d.a. odparować do sucha w parownicy szklanej lub platynowej w temperaturze nie wyższej niż 110°C, a następnie wysuszyć w temperaturze 120°C do stałej masy.

Badany alkohol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza 2 mg.

5.3.11. Oznaczanie zawartości pirydyny w alkoholu izoamylowym cz. i cz.d.a.

5.3.11.1. Zasada oznaczania. Metoda polega na barwnej reakcji jaką daje pirydyna z chlorocyjanem oraz kwasem barbiturowym.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory

a/ Alkohol etylowy odwodniony cz.d.a.

b/ Chloramina T cz.d.a,, roztwór 2-procentowy przesączony.,

c/ Kwas barbiturowy cz.d.a.: 2 g kwasu barbiturowego rozpuścić w 100 cm^3 gorącej wody destylowanej, ostudzić do temperatury 20°C i przesączyć.

d/ Kwas cytrynowy cz.d.a.

e/ Kwas siarkowy lub solny cz.d.a., roztwór wodny 0,01 N.

f/ Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 2-procentowy.

g/ Roztwór buforowy: 21,008 g kwasu cytrynowego rozpuścić w 200÷300 cm^3 wody destylowanej, dodać 200 cm^3 1 N wodorotlenku sodowego cz.d.a. i dopełnić wodą destylowaną do objętości 1 dcm^3. Następnie do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 odmierzyć 45,0 cm^3 0,1 N roztworu wodorotlenku sodowego cz.d.a., dopełnić do kreski roztworem cytrynianu sodowego i wymieszać. Tak przygotowany roztwór ma pH 6,4.

h/ Pirydyna cz.d.a., roztwór wzorcowy podstawowy: 0,1 g świeżo przedestylowanej pirydyny cz.d.a. rozpuścić w alkoholu izoamylowym cz.d.a. nie zawierającym pirydyny i dopełnić tym alkoholem do 100 cm^3 w kolbie pomiarowej .

i/ Pirydyna cz.d.a., roztwory wzorcowe robocze: do dwóch kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 wlać odpowiednio 0,4 cm^3 roztworu podstawowego do jednej kolby i 10 cm^3 do drugiej, a następnie uzupełnić do kreski alkoholem izoamylowym cz.d.a. nie zawierającym pirydyny.

j/ Wodorotlenek sodowy cz.d.a.

5.3.11.3. Wykonanie oznaczania. Do cylindra pojemności 50 cm^3 z doszlifowanym korkiem wlać 5 cm^3 badanego alkoholu izoamylowego, dodać 1 cm^3 roztworu rodanku amonowego i 3 cm^3 roztworu chloraminy oraz 10 cm^3 alkoholu etylowego odwodnionego cz.d.a. Zawartość wymieszać i pozostawić w spokoju na 15 min. Następnie dodać 2,5 cm^3 roztworu kwasu barbiturowego, 3 cm^3 roztworu buforowego i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 45°C przez 30 min. Równocześnie należy wykonywać próbę porównawczą, w której zamiast alkoholu

izoamylowego stosuje się wzorcowe roztwory pirydyny w alkoholu izoamylowym cz.d.a.

Badany alkohol izoamylowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanej próbki nie będzie intensywniejsze od zabarwienia wzorca.

5.3.12. Oznaczanie zawartości wody /próba z benzenem/. Do cylindra pojemności 20 cm^3 wlać 20 cm^3 benzenu cz. oraz 2 cm^3 wyższego alkoholu i mieszaninę sklócić. Próbę wykonywać w temperaturze pokojowej.

Jeżeli po zmieszaniu z benzenem w podanym stosunku roztwór będzie klarowny, badany alkohol uważa się za odpowiadający wymaganiom normy, jeżeli natomiast zmętnieje, należy oznaczyć w nowej próbce zawartość wody wg 5.3.13.

5.3.13. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera - wg PN-65/C-04086

5.3.14. Oznaczanie zanieczyszczeń fluoryzujących. Około 10 cm^3 badanego alkoholu wlać do probówki szklanej, kwarcowej lub do tygla porcelanowego i poddać działaniu promieni nadfioletowych. Do drugiej probówki wlać około 10 cm^3 roztworu chininy w kwasie siarkowym o stężeniu 0,00002 mg chininy cz. /$C_{20}H_{24}O_2N_2$/ w 1 cm^3 0,1 N kwasu siarkowego /H_2SO_4/ i również poddać działaniu promieni nadfioletowych.

Lampa kwarcowa powinna palić się co najmniej 5 min przed wstawieniem probówek z alkoholem i roztworem wzorcowym. Badany alkohol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli nie fluoryzuje silniej niż wzorcowy roztwór chininy.

5.3.15. Sprawdzanie rozpuszczalności w wodzie. Do cylindra z korkiem doszlifowanym pojemności nominalnej 50 cm^3 wlać 50 cm^3 wody destylowanej i 10 cm^3 alkoholu *n*-propylowego lub 5 cm^3 alkoholu izobutylowego lub 1 cm^3 izoamylowego, mieszaninę sklócić i pozostawić w spokoju na 5 min, po czym sprawdzić wygląd zewnętrzny płynu.

Badany alkohol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór nie rozwarstwia się i jest klarowny.

5.3.16. Próba z kwasem siarkowym. Do kolby pojemności około 100 cm^3 wlać 10 cm^3 badanego alkoholu i 10 cm^3 stężonego kwasu siarkowego /cz.d.a./.

Kwas siarkowy wlewać ostrożnie po ściance kolby, nie dopuszczając do zmieszania się płynów. Niezwłocznie po wlaniu kwasu kolbę zanurzyć w kąpieli wodnej o temperaturze 10 $\pm 1^{\circ}C$ i zmieszać płyn za pomocą ruchu wirowego w ciągu 2 min. Płyn w kolbie w tym czasie powinien ochłodzić się do temperatury kąpieli. Następnie porównać w cylindrach z bezbarwnego szkła zabarwienie miesza-

niny kwasu i alkoholu z zabarwieniem roztworów wzorcowych: dla alkoholu cz. - roztworem 100 cm^3 0,1 N jodu w 1 dm^3 wody, dla alkoholu cz.d.a. - z roztworem 50 cm^3 0,1 N jodu w 1 dm^3 wody.

Zabarwienie mieszaniny alkoholu i kwasu nie powinno być ciemniejsze od zabarwienia odpowiedniego roztworu wzorcowego.

5.3.17. Oznaczanie zawartości furfurolu

5.3.17.1. Odczynniki i roztwory

a/ Anilina świeżo przedestylowana.

b/ Furfurol cz.d.a., roztwór wzorcowy podstawowy: odważyć na wadze analitycznej 0,20 g furfurolu cz.d.a., świeżo przedestylowanego /c.wł. 1,165 ÷ 1,166, temperatura wrzenia 158 ÷ 160°C/ i rozpuścić w 250 cm^3/200 g/ alkoholu izoamylowego cz.d.a. nie zawierającego furfurolu. Tak przygotowany roztwór zawiera 0,1% furfurolu.

c/ Furfurol cz.d.a., roztwory wzorcowe robocze: 3 cm^3 roztworu podstawowego rozcieńczyć do 100 cm^3 - uzyskany roztwór wzorcowy zawiera 0,003% furfurolu; 3,3 cm^3 roztworu wzorcowego 0,003-procentowego rozcieńczyć do 100 cm^3 - uzyskano roztwór wzorcowy o zawartości 0,0001% furfurolu.

d/ Kwas solny stężony cz.d.a.

5.3.17.2. Wykonanie oznaczania. Do dwóch probówek z dnem płaskim z doszlifowanymi korkami wg PN-71/A-79528 p. 2.4.1.2 odmierzyć po 10 kropel aniliny i 3 krople kwasu solnego i uzupełnić do kreski na 10 cm^3 - w jednej probówce badanym alkoholem, w drugiej odpowiednim roztworem wzorcowym. Po upływie 10 min porównać występujące różowe zabarwienie badanej próbki i roztworu wzorcowego. Zabarwienie badanej próbki nie powinno być intensywniejsze od zabarwienia odpowiedniego roztworu wzorcowego, a jeżeli badana próbka nie zabarwi się na różowo, to badany alkohol izoamylowy nie zawiera furfurolu.

5.4. Interpretacja wyników badań. Wartości liczbowe występujące w normie należy interpretować wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2 /metoda Z/.

5.5. Ocena partii. Partię alkoholu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań spełniają wymagania podane w roddz. 3 i 4.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę. Przedsiębiorstwo Przemysłu Spirytusowego POLMOS Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6191-79

a/ wprowadzono do normy wymagania dla alkoholu izoamylowego cz. wg Gerbera,

b/ przy oznaczaniu zawartości aldehydów wprowadzono wzorcowe roztwory aldehydu izowalerianowego,

c/ zmieniono metodę oznaczania zawartości pirydyny w alkoholu izoamylowym cz. i cz.d.a.

3. Normy związane

PN-74/A-79021 Wyroby spirytusowe, produkty i półprodukty. Nazwy i określenia

PN-74/A-79522 Spirytus rektyfikowany

PN-74/A-79527 Spirytus. Pobieranie próbek

PN-71/A-79528 Spirytus. Metody badań

PN-67/C-04010 Przetwory naftowe. Destylacja normalna. Oznaczanie składu frakcyjnego

PN-65/C-04086 Przetwory naftowe. Oznaczanie zawartości wody metodą Fischera

PN-70/C-04955 Odczynniki. Oznaczanie zakresu temperatur wrzenia

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

BN-65/6831-13 Opakowania szklane artykułów chemicznych. Butelki typu POCH

BN-65/7161-23 Skrzynki z tarcicy do produktów w butelkach zwykłych

4. Autorzy projektu normy - Ireneusz Augostynowicz i Jerzy Szurzec - Łódzkie Zakłady Przemysłu Spirytusowego POLMOS.

2 **BN-76/6191-79 Odczynniki. Wyższe alkohole: n-propylowy, izobutylowy i izoamylowy** **poprawka 1**

X 62

1. W punkcie **3.2** wykreśla się słowo etylowego.

2. W punkcie **5.3.3.2** b) wiersz 4 — zamiast: chromosorb w powinno być: chromosorb W.

(Biuletyn PKNiM nr 1/77, poz. 9)