

| | | |
|---------------------------------|--|--------------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA | BN-67 |
| | Produkty suchej destylacji drewna Metanol surowy | 6076-06 |
| | | Zamiast RN-55/ML-0548 |
| | | Grupa katalogowa X 42 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metanol surowy wydzielony z octu surowego, będącego jednym z produktów suchej destylacji drewna liściastego.

1.2. Zastosowanie przedmiotu normy. Metanol surowy jest surowcem do otrzymywania alkoholu metylowego i rozpuszczalnika acetonowego. Stosowany bywa jako środek do skazania w przemyśle spirytusowym.

1.3. Określenia. Metanol surowy jest to wieloskładnikowa mieszanina składająca się z alkoholu metylowego, allilowego, octanu metylu, dwumetylalu, acetonu i wody.

1.4. Normy związane

PN/C-04505 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne dla produktów ciekłych

PN/C-04507 Chemiczne badania i próby. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Wytyczne ogólne

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

PN-61/M-79104 Opakowania metalowe. Beczki z dnami stałymi

2. PODZIAŁ SORTYMENTU I OZNACZENIE GATUNKU

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości związków organicznych rozróżnia się dwa gatunki metanolu surowego: I i II.

2.2. Przykład oznaczenia metanolu surowego gatunku I:

METANOL SUROWY I BN-67/6076-06

3. WYMAGANIA

Parametry jakościowe dla metanolu surowego wg tabl. 1.

Tablica 1

| Wymagania | Gatunek | |
|---|---|--|
| | I | II |
| a) Wygląd | ciecz barwy słomkowozielonej bez zanieczyszczeń mechanicznych | ciecz barwy brunatnej bez zanieczyszczeń mechanicznych |
| b) Gęstość d_{4}^{20} , g/cm ³ , najwyżej | 0,858 | 0,911 |
| c) Związków organicznych, %, co najmniej | 73,7 | 50,3 |
| d) Alkohol metylowego, %, co najmniej | 30,0 | 25,0 |
| e) Estrów w przeliczeniu na octan metylu, %, co najmniej | 15,0 | 15,0 |
| f) Aldehydów i ketonów w przeliczeniu na aceton, %, co najmniej | 8,0 | 8,0 |
| g) Olejów metanolicznych, %, najwyżej | 5,0 | 15,0 |
| h) Kwasów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na kwas octowy, %, najwyżej | 0,1 | 0,2 |



Zjednoczenie Przemysłu Płyt, Sklejek i Zapalek
Ustanowiona przez Dyrektora ZPPSiZ dnia 21 lipca 1967 r. jako norma obowiązująca
w zakresie produkcji od dnia 1 kwietnia 1968 r.
(Mon. Pol. nr 53/1967 poz. 264)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Metanol surowy należy pakować w stalowe cysterny lub w beczki wg PN-61/M-79104. Na opakowaniu należy umieścić trwałą napis zawierający:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) wagę brutto i netto,
- c) znak ostrzegawczy: "Ostrożnie - środek szkodliwy", wykonany czerwonymi literami na białym tle.

4.2. Przechowywanie. Metanol surowy należy przechowywać w chłodnym miejscu w zbiornikach pomalowanych jasną farbą.

4.3. Transport. Metanol surowy może być transportowany w stalowych cysternach lub w beczkach metalowych z dnami stałymi dowolnymi środkami lokomocji.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Należy stosować zasady PN/C-04505.

Partię produktu stanowi zawartość cysterny lub najwyżej 250 opakowań napełnionych z jednego zbiornika magazynowego.

Próbkę należy pobierać z każdej cysterny lub z beczek wybranych w sposób losowy w zależności od liczności opakowań w partii wg tabl. 2.

Tablica 2

| Liczność opakowań w partii sztuk | Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek |
|-------------------------------------|--|
| do 3 | wszystkie |
| 4÷ 5 | 3 |
| 6÷ 15 | 5 |
| 16÷ 25 | 7 |
| 26÷ 63 | 8 |
| 64÷160 | 9 |
| 161÷250 | 10 |

Próbki pierwotne należy pobierać z każdego wybranego opakowania po dokładnym wymieszaniu beczek przez toczenie, a z cystern po wymieszaniu sprężonym powietrzem.

Próbki pierwotne z beczek należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60008. Próbkę z cysterny należy pobrać czystą suchą butelką metalową umieszczoną w koszu z blachy ołowianej.

Objętość próbki ogólnej powinna wynosić co najmniej 3 l, a średniej próbki laboratoryjnej - co najmniej 2 l.

Pakowanie, znakowanie i przeznaczenie średniej próbki laboratoryjnej powinno być zgodne z PN/C-04507.

Czas przechowywania próbek do analiz rozjemczych powinien wynosić 6 tygodni od daty wysłania metanolu z zakładu.

5.2. Opis badań

5.2.1. Określanie wyglądu zewnętrznego. Do cylindra o średnicy 30 mm z bezbarwnego szkła należy wlać tyle metanolu surowego, aby wysokość wynosiła 100 mm. Metanol surowy oglądany w świetle dziennym nieuzbrojonym okiem wzdłuż osi cylindra na białym tle powinien być barwy słomkowozielonkawej lub brunatnej bez zanieczyszczeń mechanicznych.

5.2.2. Oznaczanie gęstości należy wykonać przy pomocy piknometru, wagi hydrostatycznej Westphala-Mohra lub cechowanego areometru w temperaturze pokojowej i wynik sprawdzić do temperatury 20°C wg wzoru

$$d_{4}^{20} = d_t + 0,00093 (t - 20)$$

w którym:

d_t - gęstość badanego metanolu w temperaturze, w której odbywał się pomiar,
 t - temperatura, w której odbywał się pomiar.

5.2.3. Oznaczanie zawartości związków organicznych. Zawartość związków organicznych należy ustalić w zależności od gęstości produktu wg tabl. 3.

Tablica 3

| Zawartość związków organicznych % | Gęstość | Zawartość związków organicznych % | Gęstość | Zawartość związków organicznych % | Gęstość |
|--------------------------------------|---------|--------------------------------------|---------|--------------------------------------|---------|
| 0,8 | 0,997 | 28,3 | 0,959 | 60,5 | 0,894 |
| 1,6 | 0,996 | 29,2 | 0,958 | 61,5 | 0,891 |
| 2,4 | 0,995 | 30,0 | 0,957 | 62,6 | 0,889 |
| 3,2 | 0,993 | 30,9 | 0,956 | 63,7 | 0,886 |
| 4,0 | 0,992 | 31,8 | 0,954 | 64,7 | 0,884 |
| 4,8 | 0,990 | 32,7 | 0,952 | 65,8 | 0,881 |
| 5,6 | 0,989 | 33,5 | 0,951 | 66,9 | 0,879 |
| 6,4 | 0,988 | 34,4 | 0,949 | 68,0 | 0,876 |
| 7,2 | 0,987 | 35,3 | 0,948 | 69,1 | 0,874 |
| 8,0 | 0,986 | 36,2 | 0,946 | 70,3 | 0,871 |
| 8,8 | 0,984 | 37,1 | 0,944 | 71,4 | 0,868 |
| 9,6 | 0,983 | 38,0 | 0,942 | 72,5 | 0,866 |
| 10,4 | 0,982 | 38,9 | 0,941 | 73,7 | 0,863 |
| 11,2 | 0,981 | 39,9 | 0,939 | 74,8 | 0,860 |
| 12,1 | 0,980 | 40,8 | 0,937 | 76,0 | 0,857 |
| 12,9 | 0,979 | 41,6 | 0,935 | 77,2 | 0,855 |
| 13,8 | 0,978 | 42,6 | 0,933 | 78,4 | 0,852 |
| 14,6 | 0,977 | 43,6 | 0,931 | 79,6 | 0,849 |
| 15,5 | 0,976 | 44,5 | 0,929 | 80,8 | 0,846 |
| 16,4 | 0,975 | 45,5 | 0,927 | 82,0 | 0,843 |
| 17,2 | 0,974 | 46,4 | 0,925 | 83,3 | 0,840 |
| 18,1 | 0,973 | 47,4 | 0,923 | 84,5 | 0,836 |
| 18,9 | 0,972 | 48,4 | 0,921 | 85,8 | 0,833 |
| 19,8 | 0,971 | 49,4 | 0,919 | 87,1 | 0,829 |
| 20,6 | 0,970 | 50,3 | 0,917 | 88,4 | 0,826 |
| 21,4 | 0,969 | 51,3 | 0,915 | 89,8 | 0,823 |
| 22,3 | 0,968 | 52,3 | 0,912 | 91,2 | 0,819 |
| 23,1 | 0,967 | 53,3 | 0,910 | 92,6 | 0,816 |
| 24,0 | 0,966 | 54,3 | 0,908 | 94,0 | 0,812 |
| 24,9 | 0,964 | 55,3 | 0,906 | 95,5 | 0,807 |
| 25,7 | 0,963 | 56,4 | 0,903 | 97,0 | 0,803 |
| 26,6 | 0,962 | 57,4 | 0,901 | 98,5 | 0,799 |
| 27,4 | 0,961 | 58,4 | 0,899 | 100,0 | 0,794 |
| | | 59,4 | 0,896 | | |

5.2.4. Oznaczanie zawartości alkoholu metylowego

5.2.4.1. Odczynniki

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 1n.
- b) Bezwodnik octowy cz.d.a., 12-procentowy roztwór w bezwodnej pirydynie.
- c) Fenoloftaleina cz.d.a., 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć pipetą 0,5 ml metanolu surowego, dodać z biurety 20 ml roztworu bezwodnika octowego. Kolbę należy zamknąć korkiem z wstawioną w nim chłodnicą powietrzną wysokości 1 m. Zawartość kolby ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze $70 \pm 5^{\circ}\text{C}$ w ciągu 15 min. Po oziębieniu chłodnicę i ścianki kolby należy spłukać wodą destylowaną świeżo przegotowaną, wolną od dwutlenku węgla i miareczkować w obecności fenoloftaleiny 1n roztworem wodorotlenku sodowego do jasnorożowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sek. Jednocześnie wykonać ślepią próbę z odmierzonych ściśle 20 ml 12-procentowego roztworu bezwodnika octowego, postępując tak jak przy oznaczaniu próby właściwej. Zawartość alkoholu metylowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,032 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100}{0,5 \cdot d_4^{20}}$$

w którym:

- V_1 - objętość 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na zmiareczkowanie ślepej próby, ml,
- V_2 - objętość 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego na miareczkowanie próby właściwej, ml,
- 0,032 - ilość alkoholu metylowego odpowiadająca 1 ml 1n NaOH, g,
- d_4^{20} - gęstość badanego metanolu surowego.

5.2.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% ich średniej arytmetycznej.

5.2.5. Oznaczanie zawartości estrów

5.2.5.1. Odczynniki

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
- b) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
- c) Fenoloftaleina cz.d.a., 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 ml z doszlifowanym korkiem należy odmierzyć pipetą 5 ml metanolu. Zawartość kolby zobojętnić wobec fenoloftaleiny 0,5n roztworem wodorotlenku sodowego do jasnorożowego zabarwienia, po czym dodać 50 ml 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego i pozostawić w spokoju na 30 min. Po upływie tego czasu kolbę z zawartością ogrzewać w temperaturze nie wyższej jak 50°C pod chłodnicą zwrotną na łaźni zwrotnej przez 30 min. Po oziębieniu wewnętrzne ścianki chłodnicy należy spłukać wodą destylowaną świeżo przegotowaną, wolną od dwutlenku węgla i miareczkować wobec fenoloftaleiny 0,5n roztworem kwasu siarkowego do pojawienia się jasnorożowego zabarwienia nie znikającego przez 30 sek.

Zawartość estrów w przeliczeniu na octan metylu (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,037 (V_1 - V_2) \cdot 100}{5 \cdot d_4^{20}} = \frac{0,74 (V_1 - V_2)}{d_4^{20}}$$

w którym:

- V_1 - objętość 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do badanej próby, ml,
 V_2 - objętość 0,5n roztworu kwasu siarkowego zużytego do miareczkowania, ml,
 0,037 - ilość octanu metylu odpowiadająca 1 ml 0,5n NaOH, g,
 d_4^{20} - gęstość badanego metanolu surowego.

5.2.5.3. Wynik. Za wynik przyjęć należy średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10% średniej arytmetycznej wyników.

5.2.6. Oznaczanie zawartości aldehydów i ketonów

5.2.6.1. Odczynniki

- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 0,5n.
- Jod cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Skrobia, roztwór 0,5-procentowy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml z doszlifowanym korkiem odmierzyć pipetą 5 ml badanego metanolu surowego i dopełnić do kreski wodą destylowaną. Roztwór dokładnie wymieszać. Następnie do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 300 ml odmierzyć pipetą 5 ml roztworu metanolu surowego, dodać 20 ml 0,5n roztworu wodorotlenku sodowego, dokładnie wymieszać i dodać 25 ml 0,1n roztworu jodu. Po 20 min do zawartości kolby dodać 25 ml 0,5n roztworu kwasu siarkowego i odmiareczkować nadmiar jodu 0,1n roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml świeżo przygotowanego roztworu skrobi. Miareczkować do momentu zaniku niebieskiego zabarwienia.

Równoległe należy wykonać ślepe próbę w ten sam sposób jak próbę właściwą dodając zamiast 5 ml przygotowanego roztworu metanolu surowego 5 ml wody destylowanej.

Zawartość aldehydów i ketonów w przeliczeniu na aceton (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,000967 (V_1 - V_2) \cdot 100 \cdot 1000}{5 \cdot 5 \cdot d_4^{20}} = \frac{3,87 (V_1 - V_2)}{d_4^{20}}$$

w którym:

- V_1 - objętość 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
 V_2 - objętość 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania próby właściwej, ml,
 0,000967 - ilość acetonu odpowiadająca 1 ml 0,1n roztworu jodu, g,
 d_4^{20} - gęstość badanego metanolu surowego.

5.2.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjęć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 10% ich średniej arytmetycznej.

5.2.7. Oznaczanie olejów metanolowych. Do cylindra pomiarowego pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem wlać 50 ml metanolu surowego i 50 ml wody destylowanej, dokładnie wymieszać i odstawić na przeciąg 4 godz w temperaturze pokojowej. Po rozwarstwieniu się cieczy należy odczytać objętość warstwy olejów w ml.

Zawartość olejów metanolowych w procentach objętościowych obliczyć wg wzoru

$$X = 2V$$

w którym V - objętość warstwy olejowej, ml.

5.2.8. Oznaczanie zawartości kwasów rozpuszczalnych w wodzie5.2.8.1. Odczynniki

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
 b) Fenoloftaleina cz.d.a., 0,1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.2.8.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odmierzyć pipetą 10 ml metanolu surowego. Następnie dodać około 20 ml wody destylowanej świeżo przegotowanej, wolnej od dwutlenku węgla, dodać 3 ÷ 4 krople fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n roztworem wodorotlenku sodowego do jasnoróżowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sek.

Zawartość kwasów rozpuszczalnych w wodzie w przeliczeniu na kwas octowy (X) należy obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,006 \cdot 100}{10 \cdot d_{4}^{20}}$$

w którym:

- V - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, ml,
 0,006 - ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 ml 0,1n NaOH, g,
 d_{4}^{20} - gęstość badanego metanolu surowego.

5.2.8.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 10% ich średniej arytmetycznej.

K O N I E C

BIBLIOTEKA GŁÓWNA
 Politechniki Warszawskiej

BN. 001498



400000000323192