

337137

UKD 661.725

SWW 1241-312, 1241-314, 1241-315

WYROBY PRZEMYSŁU SPOŻYWCZEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-75
	Wyższe alkohole Alkohol n-propylowy techniczny, alkohol izobutyłowy techniczny, alkohole izoamylowe techniczne	8141-01
		Zamiast BN-64 8141-01
		Grupa katalogowa X 25



1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są wyższe alkohole techniczne: n-propylowy, izobutyłowy i izoamylowe, otrzymywane przez frakcjonowaną destylację odwodnionych olejów fuzlowych lub frakcji propanolowo-izobutanolowej odbieranych przy rektyfikowaniu spirytusu.

1.2. Określenia

1.2.1. Partia produktu - określona ilość alkoholu n-propylowego technicznego, alkoholu izobutyłowego technicznego lub alkoholu izoamylowego technicznego tego samego rodzaju, w jednakowych opakowaniach, wyprodukowana przez jeden zakład i przedstawiona do jednorazowego odbioru.

1.2.2. Pozostałe określenia - wg PN-74/A-79021.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od wskaźników fizykochemicznych i przeznaczenia rozróżnia się dwa rodzaje alkoholi izoamylowych technicznych:

- zw - alkohol izoamylowy techniczny zwykły,
- f - alkohol izoamylowy techniczny dla przemysłu farmaceutycznego.

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo Przemysłu Spirytusowego POLMOS
 Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłu Spirytusowego POLMOS
 dnia 5 grudnia 1975 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1976 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 3/1976 poz. 7)

2.2. Przykład oznaczenia alkoholu izoamyłowego technicznego zwykłego:

ALKOHOL IZOAMYŁOWY TECHNICZNY zw BN-75/8141-01

3. WYMAGANIA

Wymagania wg tabl. 1.

Tablica 1

Lp.	Wymagania	Alkohol n-propylowy techniczny	Alkohol izobutyłowy techniczny	Alkohol izoamyłowy	
				zw	f
1	Przezroczystość	przezroczysty, bez osadu i zmętnienia; dopuszcza się mechaniczne zanieczyszczenia, które w świeżo pobranej próbce opadną w ciągu 2 godz na dno naczynia i których ilość nie przekracza 0,5%			przezroczysty, bez osadu i zmętnienia
2	Barwa	bezbarny lub żółtawy, nie ciemniejszy od roztworu 10 mg dwuchromianu potasowego w 1 dm ³ wody			
3	Zapach	swoisty, eteryczny, lekko duszący	swoisty, duszący	swoisty, duszący, pobudzający do kaszlu	
4	Granice wrzenia, °C, w których powinno przestyliwać co najmniej 95% obj.	94÷100	100÷110	112÷134,	128÷132
5	Gęstość w temperaturze 20°C	0,800±0,810	0,802-0,810	0,810±0,816	0,810±0,814
6	Kwasowość w przeliczeniu na kwas octowy, % wag., najwyżej	0,01			
7	Mieszanie z wodą	powinien odpowiadać wymaganiom wg 5.3.7	nie normalizuje się		
8	Próba na obecność wody	nie normalizuje się	ujemna		
9	Próba na obecność tłuszczu	nie normalizuje się			ujemna
10	Próba na obecność furfuruolu	nie normalizuje się			ujemna

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Pakowanie, przechowywanie i transport - wg BN-75/8140-01.

5. BADANIA5.1. Program badań5.1.1. Badania pełne obejmują:

- a) sprawdzanie przezroczystości,
- b) sprawdzanie barwy,
- c) sprawdzanie zapachu,
- d) oznaczanie granic wrzenia,
- e) oznaczanie gęstości,
- f) oznaczanie kwasowości,
- g) przeprowadzanie próby mieszania z wodą,
- h) przeprowadzanie próby na obecność wody,
- i) przeprowadzanie próby na obecność tłuszczu,
- j) przeprowadzanie próby na obecność furfurołu.

Badania pełne należy wykonywać co najmniej raz na miesiąc, a ponadto przy zmianie procesu produkcyjnego i stosowanych surowców, na życzenie odbiorcy oraz w przypadku badań rozjemczych.

5.1.2. Badania niepełne obejmują sprawdzanie wg 5.1.1 a), d) i e).

Badania niepełne należy wykonywać dla każdej partii alkoholu.

5.2. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy przeprowadzać wg PN-74/A-79527 z tym, że z partii produktu w beczkach, balonach szklanych lub innych opakowaniach odbiorcy należy pobrać losowo w zależności od liczności partii liczbę opakowań wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań do pobrania próbek
do 5	wszystkie sztuki
6 ÷ 25	5
26 ÷ 63	10
64 ÷ 160	15
161 ÷ 400	25

Ze wszystkich pobranych w ten sposób opakowań należy pobrać próbki pierwotne i dalej postępować wg PN-74/A-79527 p. 2.3. Na każdej butelce ze średnią próbką laboratoryjną należy umieścić nalepkę stanowiącą zarazem protokół pobrania próbek z napisem zawierającym co najmniej następujące dane:

- a) nazwę zakładu wysyłającego,
- b) oznaczenie wg 2.2,
- c) liczbę opakowań w partii i numery opakowań,
- d) datę pobrania próbek,
- e) nazwiska i podpisy osób pobierających próbki.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie przezroczystości, obecności osadu, zawiesin, zmetnienia i zanieczyszczeń mechanicznych wykonać wg PN-71/A-79528. Próbkę należy uznać za przezroczystą, jeśli przezroczystość jej jest taka, jak przezroczystość wody destylowanej.

Ilość osadu określić w sposób następujący: po odstaniu plyn zdekantować, pozostałość przenieść ilościowo na uprzednio wysuszony przez $\frac{1}{2}$ godz w temperaturze $110 \pm 120^{\circ}\text{C}$ i zważony na wadze analitycznej sączek, osad z sączkiem wysuszyć przez $\frac{1}{2}$ godz w suszarce w temperaturze $110 \pm 120^{\circ}\text{C}$ i po ostudzeniu w eksykatorze zważyć.

Zawartość osadu (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(g_1 - g_2) \cdot 100}{v \cdot d}$$

w którym:

g_1 - masa sączka z wysuszonym osadem, g,

g_2 - masa wynurzonego sączka, g,

v - objętość próbki z osadem, cm^3 ,

d - gęstość wyższego alkoholu oznaczana wg 5.3.5.

Wynik podawać z dwoma znakami po przecinku.

5.3.2. Sprawdzanie barwy - wg PN-71/A-79528.

5.3.3. Sprawdzanie zapachu przeprowadzić organoleptycznie.

5.3.4. Oznaczanie granic wrzenia

5.3.4.1. Aparatura i przyrządy - wg PN-69/C-04512.

5.3.4.2. Wykonanie pomiaru. Za pomocą cylindra pomiarowego odmierzyć w temperaturze pokojowej 100 cm^3 badanego alkoholu, wlać do kolby destylacyjnej, ważyć kilka kawałków porowatej porcelany lub pumeksu i zestawieć przyrząd do destylacji, stosując wytyczne wg

PN-67/C-04010. Po zamontowaniu aparatu zapalić palnik i regulować płomień w taki sposób, aby pierwsza kropla destylatu spadła nie przed, niż po 5 min i nie później niż po 10 min od rozpoczęcia ogrzewania.

Objętość destylatu w cm^3 w granicach wrzenia określonych w rozdz. 3 należy stwierdzić nie przerywając destylacji. Przy pomiarze nie uwzględnia się poprawki na wystający słupek rtęci w termometrze. Nie uwzględnia się również poprawki wynikającej z różnicy ciśnień barometrycznych, jeśli destylacja jest prowadzona przy ciśnieniu 755 ± 765 mm Hg. Przy innym ciśnieniu odczyty temperatury należy poprawić wg wzoru

$$K = 0,0001 (760 - p) \cdot (273 + t)$$

w którym:

- K - poprawka temperatury, którą dodaje się do odczytanego wyniku, jeżeli ciśnienie barometryczne jest niższe niż 755 mm Hg lub odejmuje się, jeżeli ciśnienie jest wyższe niż 765 mm Hg, °C,
- p - ciśnienie barometryczne w czasie destylacji, mm Hg,
- t - odczytana temperatura destylacji, °C.

5.3.4.3. Wynik. W przypadku gdy wynik pomiaru nie odpowiada wymaganiom wg rozdz. 3, pomiar należy powtórzyć. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch pomiarów zgodnych, tj. nie różniących się więcej niż o 1% obj.

5.3.5. Oznaczanie gęstości. Do cylindra pojemności nie mniejszej niż 100 cm^3 wlać badany alkohol, unikając tworzenia się pęcherzyków powietrza. Jeżeli pęcherzyki powietrza powstaną w płynie, należy czekać, aż całkowicie znikną. Następnie doprowadzić temperaturę alkoholu do 20°C i zanurzyć areometr w ten sposób, aby nie dotykał ścianek cylindra i aby nie był zwilżony powyżej menisku.

Po kilku minutach należy odczytać gęstość na skali areometru. W czasie pomiaru temperatura powinna mieścić się w granicach $20 \pm 0,5$ °C. Dopuszcza się również oznaczanie gęstości za pomocą wagi Mohra wg przepisów ustanowionych przy użyciu tego przyrządu.

5.3.6. Oznaczenie kwasowości

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Spirytus rektyfikowany zwykły wg PN-74/A-79522, zobojętniony wobec fenoloftaleiny.
- b) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.
- c) Wodorotlenek sodowy lub potasowy cz., roztwór wodny 0,1 N.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 500 cm³ wlać 100 cm³ badanego alkoholu, 100 cm³ spirytusu rektyfikowanego zwykłego zubożonego wobec fenoloftaleiny oraz 2 ÷ 3 krople roztworu fenoloftaleiny i miareczkować 0,1 N roztworem wodorotlenku sodowego lub potasowego do wystąpienia bladoróżowego zabarwienia utrzymującego się co najmniej 30 s.

Kwasowość (K) należy obliczyć wg wzoru

$$K = \frac{0,006 \cdot a}{d}$$

w których:

- a - liczba cm³ 0,1 N NaOH lub KOH zużytego przy miareczkowaniu,
d - gęstość badanego alkoholu w temperaturze 20⁰C.

5.3.6.3. Wynik. W przypadku gdy wynik oznaczenia nie odpowiada wymaganiom wg rozdz. 3, oznaczenie należy powtórzyć. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń zgodnych, tj. nie różniących się więcej niż o 0,2 cm³ 0,1 N NaOH lub KOH użytego do zubożenia.

5.3.7. Próba mieszania z wodą. Do cylindra pomiarowego pojemności 100 cm³ wlać 10 cm³ alkoholu n-propylowego technicznego i 50 cm³ wody destylowanej. Zawartość cylindra skłócić i po kilku minutach obserwować przezroczystość płynu. Badany alkohol n-propylowy techniczny odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po zmieszaniu z wodą płyn jest przezroczysty.

5.3.8. Próba na obecność wody

5.3.8.1. Wykonanie próby przy badaniu alkoholu izobutyłowego i izoamylowego technicznego zwykłego. Do cylindra pomiarowego pojemności 20 cm³ wlać 2 cm³ badanego alkoholu, 10 cm³ benzenu cz. i zawartość cylindra skłócić.

Badany alkohol odpowiada wymaganiom normy, jeśli po zmieszaniu z benzenem w podanym stosunku nie pojawi się emulsja świadcząca o obecności wody.

5.3.8.2. Wykonanie próby przy badaniu alkoholu izoamylowego technicznego dla przemysłu farmaceutycznego. Do cylindra pomiarowego pojemności 50 cm³ wlać 2 cm³ badanego alkoholu oraz 20 cm³ benzenu cz. i zawartość cylindra skłócić.

Alkohol izoamylowy techniczny f odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po zmieszaniu z benzenem w podanym stosunku nie pojawi się emulsja świadcząca o obecności wody.

5.3.9. Próba na obecność tłuszczu

5.3.9.1. Aparatura, przyrządy i odozynniki

- a) Tłuszczomierze do mleka pełnego.
- b) Wirówka stosowana przy oznaczaniu tłuszczu w mleku metodą Gerbera.
- c) Łażnia wodna.
- d) Pipety szklane pojemności 10 cm³ i 1 cm³.
- e) Kwas siarkowy cz. o gęstości 1,820 ÷ 1,825.

5.3.9.2. Wykonanie próby. Do dwóch tłuszczomierzy wprowadzić pipetą kolejno po 1 cm³ badanego alkoholu izoamyłowego, 10 cm³ kwasu siarkowego i 10 cm³ wody destylowanej, starając się na razie nie dopuszczać do zmieszania cieczy. Tłuszczomierze zatkać cylindryczno-
-płozkowymi korkami kauczukowymi i mocno skłócić. Następnie tłuszczomierze rozmieścić w sposób symetryczny, korkami do zewnątrz, na talerzu wirówki. Po zamknięciu wirówki wiekiem wirować w ciągu 5 min z szybkością około 1000 obr/min. Wyjęte z wirówki tłuszczomierze wstawić skalą do góry na 10 min do kąpieli wodnej o temperaturze 65°C i obserwować, czy powstał słupek tłuszczu. Dla ułatwienia obserwacji przez pokręcanie korkiem płyn wprowadza się do spłaszczonej szyjki tłuszczomierza, ustawiając górny menisk na podziałce powyżej 0.

Alkohol izoamyłowy techniczny f odpowiada wymaganiom normy, jeżeli przeprowadzona próba dała wynik negatywny, tj. nie stwierdzono warstwy tłuszczu.

5.3.10. Próba na obecność furfuruolu. Do probówki z bezbarwnego szkła wlać 5 cm³ badanego alkoholu i 5 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego cz. o gęstości 1,3 i dobrze zmieszać. Po 10 min sprawdzić barwę mieszaniny.

Badany alkohol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli barwa mieszaniny nie ulegnie wyraźnej zmianie.

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 rozdz. 3 i 4.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłu Spirytusowego POLMOS.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/8141-01

- a) zawężono przedziały gęstości dla alkoholi izoamylowych,
- b) zawężono przedziały temperatur wrzenia dla alkoholu izoamylowego technicznego zw.,
- c) zmieniono metodę oznaczania zawartości tłuszczu w alkoholu izoamylowym f,
- d) wyeliminowano wymagania dotyczące alkoholu amylowego technicznego bez furfurołu dla przemysłu młazarskiego,
- e) wyeliminowano przeprowadzanie próby zapachowej,
- f) uaktualniono wymagania dotyczące pakowania, przechowywania i transportu.

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-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- BN-75/8140-01 Wyroby przemysłu spirytusowego. Pakowanie, przechowywanie i transport

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

BG PW
BN. 004827



40000000343182