

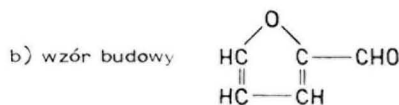
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-77
	Furfural techniczny	6026-73
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest furfural techniczny, znany również pod nazwą "furfurool techniczny".

Furfural ma:

a) wzór sumaryczny $C_4H_3 \cdot OCHO$



c) masę cząsteczkową 96,09 (1970).

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Furfural techniczny służy jako selektywny rozpuszczalnik do rafinacji olejów mineralnych, jako surowiec do produkcji furacyny i innych produktów w przemyśle chemicznym.

2. OZNACZENIE

FURFURAL TECHNICZNY BN-77/6026-73

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Furfural techniczny powinien być klarowną cieczą barwy zielonkawożółtej do brunatnej, ciemniejącą przy dłuższym przechowywaniu i o charakterystycznym zapachu świeżego pieczywa.

Nie powinien on zawierać widocznej ilości wody ani zawiesin. Furfural rozpuszcza się w zimnej wodzie w stosunku 1 : 15; w alkoholu, eterze i benzynie rozpuszcza się łatwo.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

a) gęstość w 20°C, g/cm ³	1,156 ± 1,162
b) współczynnik załamania światła n_D^{20}	1,524 ± 1,527
c) destylacja normalna:	
- początek destylacji, °C	149
- do 158°C powinno przedestylować,	
%, nie więcej niż	8
- do 165°C powinno przedestylować,	
%, nie mniej niż	96
- pozostałość po destylacji, nie więcej niż, %	1

d) furfuralu, %, co najmniej:

- metodą hydroksyloaminową	96
- chromatograficznie	94

e) kwasów organicznych w przeliczeniu na kwas octowy, %, nie więcej niż	0,05
f) zawartość wody, %, nie więcej niż	0,5
g) oznaczanie popiołu, %, nie więcej niż	0,01

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Furfural techniczny dostarczany jest w stalowych cysternach pojemności 20 ± 60 t. Dostawy dla drobnych odbiorców dopuszcza się we własnych opakowaniach (bębny stalowe 200 l).

Każde opakowanie transportowe powinno być oznakowane wg PN-76/O-79252 i powinno zawierać co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- datę napełnienia,
- masę netto,
- numer opakowania,
- znak niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79252, wraz z ostrzeżeniem "Ostrożnie z ogniem", "Trucizna".

4.2. Przechowywanie. Furfural techniczny należy przechowywać w zamkniętych zbiornikach stalowych, zabezpieczających przed wpływem powietrza, pomalowanych na zewnątrz jasną farbą.

4.3. Transport. Furfural należy przewozić w cysternach lub opakowaniach odbiorcy. Opakowania stosowane do transportu furfuralu należy napełniać najwyżej do 93% objętości.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie gęstości (3.2a),
- oznaczanie współczynnika światła przy użyciu refraktometru Abbego (3.2b),

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Płyt, Sklejek i Zapalek
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Przemysłu Płyt, Sklejek i Zapalek dnia 18 listopada 1977 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1978 poz. 17)

- d) przeprowadzenie destylacji normalnej (3, 2c),
- e) oznaczanie zawartości furfuralu (3, 2d),
- f) oznaczanie zawartości kwasów organicznych w przeliczeniu na kwas octowy (3, 2e),
- g) oznaczanie zawartości wody (3, 2f),
- h) oznaczanie popiołu (3, 2g).

5, 2. Wielkość partii - cysterna lub bębny stalowe pojemności 200 l.

5, 3. Pobieranie próbek - wg PN-67/C-04500.

5, 4. Opis badań

5, 4, 1. Sprawdzenie wymagań ogólnych należy przeprowadzić organoleptycznie.

5, 4, 2. Oznaczenie gęstości - wg PN-66/C-04004.

5, 4, 3. Oznaczenie współczynnika załamania światła - wg PN-68/C-04952.

5, 4, 4. Przeprowadzenie destylacji normalnej - wg PN-67/C-04010.

5, 4, 5. Oznaczenie zawartości furfuralu

5, 4, 5, 1. Oznaczenie zawartości furfuralu metodą chromatograficzną - według instrukcji dla danego typu chromatografu.

5, 4, 5, 2. Oznaczenie zawartości furfuralu metodą hydroksyloaminową

Odczynniki i roztwory

- a) Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 10-procentowy.
- b) Błękit bromofenolowy, roztwór 0,1-procentowy.
- c) Wodorotlenek sodowy, roztwór 1N.

Wykonanie oznaczenia. Oznaczenie przeprowadza się, dodając chlorowodoru hydroksyloaminy w celu wytworzenia oksymu. Wydzielony w czasie reakcji z furfurałem kwas solny należy odmiareczkować.

Ze względu na to, że chlorowodorek hydroksyloaminy najczęściej zawiera wolny kwas solny, należy równolegle przeprowadzić ślepe próby.

W tym celu 25 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, który zużyty zostanie do oznaczania zawartości furfuralu, rozcieńczyć 15 cm³ wody. Po dodaniu 0,2 cm³ błękitu bromofenolowego jako indykatora, miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do zmiany barwy z żółtej na niebieskofioletową.

W celu wykonania zasadniczego oznaczania odważyć około 1 g furfuralu w kolbie stożkowej ze szlifem, pojemności 250 cm³, dodać 15 cm³ wody.

Do tego roztworu wprowadzić należy 25 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i dobrze wymieszać.

Po 5 min należy dodać do kolby 0,2 cm³ błękitu bromofenolowego i miareczkować roztworem wodorotlenku sodo-

wego do zmiany barwy jak w ślepej próbie (z żółtej na niebieskofioletową).

Wynik. Procentową zawartość furfuralu (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(b-a) \cdot 0,09609 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- b - objętość 1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania wydzielonego kwasu solnego przy oznaczaniu furfuralu, cm³,
- a - objętość 1N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do odmiareczkowania wydzielonego kwasu solnego w ślepej próbie, cm³,
- 0,09609 - ilość furfuralu odpowiadająca 1 cm³ 1N roztworu wodorotlenku sodowego, g,
- m - odważka furfuralu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń.

5, 4, 6. Oznaczenie zawartości kwasów organicznych w przeliczeniu na kwas octowy

5, 4, 6, 1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy, roztwór 0,05N.
- b) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

5, 4, 6, 2. Wykonanie oznaczenia. Około 3 g badanej próbki furfuralu zważyć z dokładnością do 0,0002 g w naczyniu wagowym, przenieść sputkując wodą do kolby stożkowej pojemności 200 cm³, dodać 50 cm³ wody, dokładnie wymieszać i miareczkować roztworem 0,05N wodorotlenku sodowego w obecności fenoloftaleiny do pojawienia się trwałej różowej barwy nie zanikającej w ciągu 10 ÷ 15 s. Równolegle wykonać ślepe próby na zawartość dwutlenku węgla w wodzie.

5, 4, 6, 3. Wynik. Procentową zawartość kwasów organicznych w przeliczeniu na kwas octowy (X_2) należy obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{(v - v_1) \cdot 0,003 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

- v - objętość 0,05N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- v₁ - objętość 0,05N roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania w ślepej próbie, cm³,
- 0,003 - ilość kwasu octowego odpowiadająca 1 cm³ ściśniętego 0,05N roztworu wodorotlenku sodowego, g,
- m - odważka furfuralu, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń.

5, 4, 7. Oznaczenie zawartości wody - wg PN-66/C-04523.

5, 4, 8. Oznaczenie popiołu - wg PN-65/C-04077.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zjednoczenie Przemysłu Płyt, Sklejek i Zapatek w Warszawie,

2. Dotychczasowe normy, Niniejsza norma zastępuje ZN-76/MLIPD-0463.

3. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe, Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

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

PN-65/C-04077 Przetwory naftowe, Oznaczanie pozostałości po spopieleniu

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

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

PN-68/C-04952 Analiza chemiczna, Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe, Znaki i znakowanie, Wymagania podstawowe

4. Normy zagraniczne

NRD TGL 15233 Furfurol

5. Symbol wg SWW - 1244-323.

6. Autor projektu normy - mgr Aleksander Stawski - Zakłady Sklejek i Chemicznego Przerobu Drewna w Bydgoszczy.