

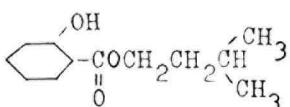
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-65
	Salicylan izoamylu	6144-10
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest salicylan izoamylu mający zastosowanie w przemyśle perfumeryjnym.

1.2. Określenia. Salicylan izoamylu jest związkem otrzymywanym przez estryfikację kwasu salicylowego alkoholem izoamylowym i ma:

a) wzór sumaryczny $C_{12}H_{16}O_3$

b) wzór strukturalny 

c) ciężar cząsteczkowy: 208,25.

1.3. Oznaczenie

SALICYLAN IZOAMYLU BN-65/6144-10

1.4. Normy związane

- PN-53/C-04005 Przetwory naftowe. Gęstość (masa właściwa). Oznaczanie piknometrem
- 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

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Salicylan izoamylu powinien być cieczą przezroczystą, lekko żółtą, bez zanieczyszczeń mechanicznych, nierozpuszczalną w wodzie, dobrze rozpuszczalną w rozpuszczalnikach organicznych.

2.2. Wymagania szczegółowe

- a) barwa - lekko żółta,
- b) zapach - balsamiczno-kwiatowy,
- c) gęstość w temperaturze 20°C $d_{20}^{20} - 1,048 \div 1,055$,
- d) liczba kwasowa - nie większa niż 1,
- e) zawartość salicylanu izoamylu - co najmniej 98%,
- f) współczynnik załamania światła $n_D^{20} - 1,5060 \div 1,5090$,
- g) rozpuszczalnik w alkoholu etylowym - 1 obj. estru w 3 obj. 90-procentowego roztworu alkoholu.

Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej dnia 31 grudnia 1965 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 30 października 1966 r.
 (Mon. Pol. nr poz.)

3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Salicylan izoamylu należy dostarczać w balonach szklanych umieszczonych w koszach wiklinowych z kapturem, których waga brutto nie może przekraczać 50 kg lub w beczkach żelaznych ocynkowanych o pojemności 100 ÷ 200 l. Przy napełnianiu należy uwzględnić wolną przestrzeń na zmianę objętości w zależności od temperatury - około 5%.

3.2. Napisy na opakowaniu. Opakowanie powinno być zaopatrzone w etykietę zawierającą:

- a) nazwę i adres wytwórni,
- b) oznaczenie produktu wg 1.3,
- c) numer analizy,
- d) znak KT,
- e) wagę brutto, netto i tarę.

Opakowanie musi być zaplombowane odpowiednim znakiem kontroli technicznej, odcisniętym na plombie ołowianej lub aluminiowej.

3.3. Przechowywanie i transport. Salicylan izoamylu należy przechowywać w zamkniętych beczkach żelaznych, nie wystawionych na działanie promieni słonecznych. Salicylan izoamylu może być transportowany wszelkimi środkami lokomocji.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać wg PN/C-04507 i PN/C-04505 zgiębnikiem wg PN/C-60008, z każdego opakowania, po wymieszaniu zawartości, w ilości 200 ml. Za partię produktu należy uważać zawartość każdego opakowania. Liczbę opakowań wybranych do pobrania próbek pierwotnych podano w tabelicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek pierwotnych
5	z każdego opakowania
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
powyżej 63	14

Próbki pierwotne objętości co najmniej 50 ml umieszczać w czystych suchych naczyniach. Pobrane próbki pierwotne należy zlać do czystego suchego naczynia i wymieszać. Uzyskaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną o objętości co najmniej 200 ml należy zlać do dwóch czystych butelek (każda próbka co najmniej 100 ml). Na każdej butelce nakleić etykietę zawierającą:

- a) nazwę i adres wytwórni,
- b) nazwę produktu,
- c) numer partii,
- d) datę pobrania próbki.

Jedną z tych butelek pozostawia się w archiwum, a drugą przeznaczają się do analizy bieżącej.

4.2. Opis badań

4.2.1. Sprawdzanie barwy. 5 ÷ 10 ml badanego produktu umieścić w probówce ze szkła bezbarwnego i sprawdzić jego wygląd w świetle przechodzącym.

4.2.2. Sprawdzanie zapachu. Kroplą badanego salicylanu izoamylu zwilżyć koniec paska bibuły do sączenia o szerokości 0,5 ÷ 1 cm i długości 15 cm. Powinien być wyczuwalny charakterystyczny zapach balsamiczno-kwiatowy.

4.2.3. Oznaczanie gęstości należy wykonać w temperaturze 20°C za pomocą wagi Mohra. W przypadku analiz rozjemczych należy stosować oznaczanie gęstości za pomocą piknometru wg PN-53/C-04005.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,01.

4.2.4. Oznaczanie liczby kwasowej

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany.
- b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- c) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1n roztwór alkoholowy.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej o pojemności 250 ml odważyć z dokładnością do 0,01 g 5 g badanego salicylanu izoamylu, odmierzyć pipetą 25 ml alkoholu etylowego zubożonego wodorotlenkiem potasowym wobec fenoloftaleiny, dodać 1 ml fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do pierwszego zabarwienia różowego, nie znikającego w ciągu 30 sek.

Liczbę kwasową (LK) należy obliczyć w miligramach wodorotlenku potasowego na 1 g badanego produktu wg wzoru

$$LK = \frac{5,6 \cdot V}{m}$$

w którym:

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego przy miareczkowaniu, ml,

m - odważka salicylanu izoamylu, g,

5,6 - liczba mg wodorotlenku potasowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu.

4.2.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1% wyniku mniejszego.

4.2.5. Oznaczanie zawartości salicylanu izoamylu

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny, roztwór 0,5n.
- b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml odważyć z dokładnością do 0,01 g - około 2 g badanego salicylanu izoamylu, dodać 30 ml 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać w temperaturze wrzenia pod chłodnią zwrotną w ciągu 1 godz.

Po ostygnięciu miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5n roztworem kwasu solnego, używając 10 kropli fenoloftaleiny jako wskaźnika. Należy równolegle przeprowadzić ślepa próbę.

Zawartość salicylanu izoamylu (X) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,1041 (V_1 - V_2) \cdot 100}{m}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,

V_2 - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do oznaczania zawartości salicylanu izoamylu, ml,

m - odważka salicylanu izoamylu, g,

0,1041 - liczba gramów salicylanu izoamylu zmydlona 1 ml 0,5n roztworu wodorotlenku potasowego.

4.2.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1% wyniku mniejszego.

4.2.6. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła n_D^{20} oznacza się za pomocą refraktometru Abbego w temperaturze 20°C. Jeśli oznaczenie przeprowadzone zostało w temperaturze różnej od 20°C w granicach $\pm 5^\circ\text{C}$, to wynik oblicza się wg wzoru

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,00041 (t - 20)$$

w którym:

n_D^t - współczynnik załamania światła w temperaturze pomiaru $t^\circ\text{C}$,

t - temperatura pomiaru, $^\circ\text{C}$.

4.2.7. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym

4.2.7.1. Odczynniki. Alkohol etylowy rektyfikowany roztwór 90-procentowy (% obj.).

4.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć pipetą do probówki pojemności 25 ml 1 ml badanego salicylanu izoamylu i miareczkować 90-procentowym roztworem alkoholu etylowego aż do całkowitego rozpuszczenia się salicylanu izoamylu.

Oznaczanie należy przeprowadzić w temperaturze około 20°C.

K O N I E C