

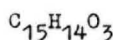
<p>MYDŁA ŚRODKI PIORĄCE I WYROBY KOSMETYCZNO- PERFUMERYJNE</p>	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	<p>Salicylan fenyloetylu</p>	6144-18
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

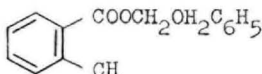
1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest związek otrzymywany przez estryfikację kwasu salicylowego alkoholem fenyloetylowym, stosowany w przemyśle perfumeryjnym i kosmetycznym, o nazwie salicylan fenyloetylu.

Salicylan fenyloetylu ma:

a) wzór sumaryczny



b) wzór strukturalny



c) masę cząsteczkową 242,27.

1.2. Normy związane

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

PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych

PN-51/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgiębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

2. OZNACZENIE

SALICYLAN FENYLOETYLU BN-70/6144-18

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Salicylan fenyloetylu powinien być bez zanieczyszczeń mechanicznych, nierozpuszczalny w wodzie, rozpuszczalny w rozpuszczalnikach organicznych.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Wygląd	produkt krystaliczny, bezbarwny do kremowego o różnych odcieniach
b) Zapach	kwiatowo-różany z nutą hiacintową
c) Liczba kwasowa, nie większa niż	1
d) Zawartość salicylanu fenyloetylu, %, nie mniej niż	98
e) Rozpuszczalność w alkoholu etylowym: 1 g w 18 cm ³ 95-procentowego alkoholu etylowego	całkowita, roztwór klarowny bez śladu osadu,
f) Temperatura krzepnięcia, °C (K) nie mniej niż	41 (314)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Salicylan fenyloetylu należy pakować w suche i czyste torby polietylenowe o masie uzgodnionej z odbiorcą, umieszczone w skrzyniach drewnianych. Opakowanie powinno być zaplombowane z odpowiednim znakiem kontroli technicznej odcisniętym na plombie ołowianej lub aluminiowej.

Na opakowaniach z salicylanem fenyloetylu powinny być umieszczone napisy zgodne z PN-67/0-79252 i zawierać co najmniej:

- nazwę i adres wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii i datę produkcji,
- znak kontroli technicznej,
- masę netto, brutto i tarę.

4.2. Przechowywanie. Salicylan fenyloetylu należy przechowywać w zamkniętych opakowaniach w su-

¹⁾ Symbol wg SWW: 1249-156.

Zakład Doświadczalny Chemii Gospodarczej POLLENA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej dnia 1 lutego 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1970 r.
(Mon. Pol. nr 12/1970 poz. 109)

chym pomieszczeniu. Dopuszczalny okres magazynowania 12 miesięcy.

4.3. Transport. Salicylan feniloetylu może być transportowany wszelkimi środkami transportu z zachowaniem postanowień podanych w 4.2.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu i zapachu,
- oznaczanie liczby kwasowej,
- oznaczanie zawartości salicylanu feniloetylu,
- oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym,
- oznaczanie temperatury krzepnięcia.

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować postanowienia PN-67/C-04500. Próbkę pierwotną pobierać zgłębnikiem określonym PN/C-60010 losowo w zależności od liczby opakowań w partii.

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek pierwotnych
5	wszystkie
6÷15	6
16÷25	9
26÷60	12

Próbki pierwotne o masie co najmniej 50 g umieścić w suchych i czystych naczyniach. Pobrane próbki pierwotne należy wymieszać. Uzyskaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 200 g należy podzielić na połowy. Z jednej połowy wykonać analizy bieżące, drugą przeznaczyć do analiz rozjemczych przechowując ją przez 3 miesiące w przypadku odbiorcy krajowego lub 6 miesięcy, jeżeli produkt przeznaczony jest na eksport.

Na każdej próbce do analizy rozjemczej powinna być nalepka z napisem zawierającym:

- nazwę i adres wytwórni,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii i datę produkcji,
- wielkość partii,
- datę pobrania próbki.

5.3. Sprawdzenie wyglądu i zapachu należy wykonać organoleptycznie.

5.4. Oznaczanie liczby kwasowej

5.4.1. Odczynniki i roztwory

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

5.4.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ odważyć 5 g badanego produktu z dokładnością do 0,001 g, dodać pipetą 25 cm³ alkoholu etylowego zobojętnionego roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny, zamieszać do całkowitego rozpuszczenia się salicylanu feniloetylu, dodać 1 cm³ roztworu fenoloftaleiny, i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sek.

Liczbę kwasową (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{5,6 \cdot V}{m}$$

w którym:

- V - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m - odważka salicylanu feniloetylowego, g,
- 5,6 - liczba miligramów wodorotlenku potasowego zawarta w 1 cm³ 0,1n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego.

5.4.3. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,1.

5.5. Oznaczanie zawartości salicylanu feniloetylu

5.5.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 95-procentowy.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,5n roztwór alkoholowy.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,5n.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.5.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie pojemności 100 cm³ odważyć 2 g badanego salicylanu feniloetylu z dokładnością do 0,001 g. Obecne w eterze kwasy należy zobojętnić. W tym celu dodać 5 cm³ zobojętnionego wobec roztworu fenoloftaleiny 95-procentowego alkoholu etylowego i 5 kropli roztworu fenoloftaleiny, po czym miareczkować 0,5n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego aż do uzyskania różowego zabarwienia. Następnie dodać 30 cm³ 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w temperaturze wrzenia w ciągu 1 godz. Po ostygnięciu miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5n roztworem kwasu solnego używając 10 kropli roztworu fenoloftaleiny jako wskaźnika. Równolegle należy przeprowadzić ślepe próby.

Zawartość salicylanu feniloetylu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,12113 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V_1 - objętość 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania w ślepej próbce, cm³,

V_2 - objętość 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania w oznaczeniu właściwym, cm^3 ,
 m - odważka salicylanu fenyletylu,
0,12113 - ilość salicylanu fenyletylu zmydlona 1 cm^3 0,5n roztworu wodorotlenku potasowego, g.

5.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 1.

5.6. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. Odważyć 1 g badanego salicylanu fenyletylu i dodawać z biurety 95-procentowy alkohol etylowy aż do całkowitego rozpuszczenia próbki sali-

cylanu fenyletylu. Próbkę w czasie dodawania alkoholu należy mieszać. Oznaczanie wykonać w temperaturze około 20°C (293 K).

5.7. Oznaczanie temperatury krzepnięcia — wg PN/C-04514.

5.8. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Do każdej partii salicylanu fenyletylu przeznaczonego na eksport powinno być dołączone świadectwo kontroli technicznej stwierdzające zgodność dostarczonej partii z obowiązującą normą.

W obrocie krajowym świadectwo kontroli technicznej należy wydawać na żądanie odbiorcy.

K O N I E C