

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68
	Produkty organiczne	6144-14
	Octan geranylu	Grupa katalogowa X 21

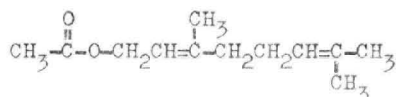
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest octan geranylu - związek otrzymywany przez acetylację geraniolu bezwodnikiem kwasu octowego.

Octan geranylu ma:

a) wzór sumaryczny - $C_{12}H_{20}O_2$

b) wzór strukturalny



c) ciężar cząsteczkowy - 196,28.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Octan geranylu stosowany jest jako składnik kompozycji zapachowych. Temperatura zapłonu wynosi 104°C.

1.3. Normy związane

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

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

2. OZNACZENIE

OCTAN GERANYLU BN-68/6144-14

3. WYMAGANIA

Wymagania	
a) Wygląd	ciecz bezbarwna lub lekko kremowa
b) Zapach	owocowo-kwiatowy z nutą różaną
c) Współczynnik załamania światła w temperaturze 20°C n_D^{20}	1,457±1,462

cd. tablicy

Wymagania	
d) Gęstość w temperaturze 20°C d_4^{20}	0,903±0,913
e) Liczba kwasowa, nie większa niż	1
f) Zawartość estrów w przeliczeniu na octan geranylu, %, co najmniej	95
g) Rozpuszczalność w 70-procentowym roztworze alkoholu etylowego w stosunku	1 : 7

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Octan geranylu należy pakować w beczki ocynkowane o pojemności 50 ÷ 200 ml. Przy napełnianiu należy zostawić wolną przestrzeń nad cieczą - około 5% - na zmianę objętości w zależności od temperatury. Opakowanie powinno być za plombowane odpowiednim znakiem kontroli technicznej odcisniętym na plombie ołowianej lub aluminiowej.

4.2. Napisy na opakowaniu powinny być umieszczone zgodnie z PN-67/O-79252 i zawierać co najmniej:

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

4.3. Przechowywanie. Octan geranylu należy przechowywać w zamkniętych beczkach żelaznych ocynkowanych, nie wystawionych na działanie promieni słonecznych.

4.4. Transport. Octan geranylu może być przewożony wszelkimi środkami lokomocji z zachowaniem wymagań podanych w 4.3.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN/C-04505 i PN/C-04507. Probki pierwotne pobierać zgłębnikiem zgodnym z PN/C-60008 lub pipetą sięgającą do dna opakowań.

Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej dnia 30 maja 1968 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1969 r.

(Mon. Pol. nr 32/1968 poz. 220)

W zależności od liczności partii należy wybrać losowo następujące liczby opakowań do pobrania próbek pierwotnych.

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek pierwotnych
5	wszystkie
6÷15	6
16÷25	9
26÷60	12
powyżej 61	14

Próbkę pierwotną objętości co najmniej 50 ml zlać razem do czystego i suchego naczynia. Uzyskaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną o objętości co najmniej 200 ml należy podzielić na dwie części. Jedną część przeznaczyć do analiz bieżących, drugą do analiz rozjemczych, którą przechowywać przez 3 miesiące, a z partii przeznaczonych na eksport - przez 6 miesięcy.

5.2. Sprawdzanie przezroczystości i barwy. 10 ml octanu geranylu umieścić w probówce ze szkła bezbarwnego o średnicy 15 mm i sprawdzić jego wygląd w dziennym świetle przechodzącym.

5.3. Określanie zapachu. Badany octan geranylu zwilżyć koniec paska bibuły do sączenia o szerokości 0,5 ÷ 1 cm i długości 15 cm. Wyczuwany zapach powinien być charakterystyczny dla octanu geranylu, zgodny z określeniem podanym w rozdz. 3 poz. b).

5.4. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła n_D^{20} oznacza się za pomocą refraktometru Abbego w temperaturze 20°C. Jeżeli oznaczenie zostało wykonane 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:

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

5.5. Oznaczanie gęstości

5.5.1. Wykonanie oznaczania. Gęstość należy oznaczyć wg PN-66/C-04004 w temperaturze 20°C. Przy analizach ruchowych oznaczanie należy wykonać za pomocą wagi hydrostatycznej, a przy analizach rozjemczych piknometrem.

5.5.2. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń nie różniących się między sobą wartością liczbową większą niż 0,001.

5.6. Oznaczanie liczby kwasowej

5.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany 96-procentowy.
 b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
 c) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1n roztwór alkoholowy.

5.6.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej o pojemności 100 ml odważyć 5 g badanego octanu geranylu z dokładnością do 0,01 g, dodać cylindrem pomiarowym 25 ml zobojętnionego alkoholu etylowego i wymieszać do całkowitego rozpuszczenia się octanu geranylu.

Następnie dodać 3 ÷ 5 kropli 1-procentowego roztworu fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do uzyskania różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sek.

Liczbę kwasową (LK) obliczyć wg wzoru

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

w którym:

- 5,6 - liczba miligramów wodorotlenku potasowego w 1 ml 0,1n roztworu,
 V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania próbki, ml,
 m - odważka octanu geranylu, g.

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

5.7. Oznaczanie zawartości octanu geranylu

5.7.1. Odczynniki i roztwory

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

5.7.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej ze szlifem pojemności 100 ml odważyć 2 g badanego octanu geranylu z dokładnością do 0,001 g. Obecne w estrze kwasy zobojętnić. W tym celu należy dodać 5 ml zobojętnionego alkoholu etylowego, 2 ÷ 4 kropli 1-procentowego roztworu fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do uzyskania różowego zabarwienia. Następnie do zobojętnionej próbki dodać 30 ml 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego, dokładnie odmierzonego buretą i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w temperaturze wrzenia w ciągu 1 godz.

Po ostudzeniu roztworu dodać 2 ÷ 4 kropli 1-procentowego roztworu fenoloftaleiny i miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5n roztworem kwasu solnego aż do zaniku barwy wskaźnika. Równolegle należy wykonać ślepą próbę.

Zawartość octanu geranylu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,09814 \cdot 100}{m}$$

w którym:

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

V_2 - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania próbki właściwej, ml,

0,09814 - liczba gramów octanu geranylu zmydlo-
na przez 1 ml 0,5n roztworu wodoro-
tlenku potasowego,

m - odważka octanu geranylu, g.

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

5.8. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym

5.8.1. Odczynniki i roztwory. Alkohol etylowy, roztwór 70-procentowy (% obj.).

5.8.2. Wykonanie oznaczania. Do suchej próbki pojemności 25 ml odmierzyć pipetą 1 ml octanu geranylu i następnie dodawać z biurety kroplami (wstrząsając zawartość próbki) 70-procentowego roztworu alkoholu etylowego aż do uzyskania klarownego roztworu.

Oznaczanie należy przeprowadzić w temperaturze około 20°C.

K O N I E C