

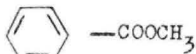
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-68
	Produkty organiczne	6144-11
	Benzoesan metylu	
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest benzoesan metylu - produkt organiczny, otrzymywany syntetycznie przez estryfikację kwasu benzoowego alkoholem metylowym, a następnie oczyszczany przez destylację pod próżnią.

Benzoesan metylu ma:

a) wzór sumaryczny - $C_8H_8O_2$

b) wzór strukturalny  $-COOCH_3$

c) ciężar cząsteczkowy - 136,14.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Benzoesan metylu jest jako składnik stosowany w kompozycjach perfumeryjnych oraz produkcji esencji spożywczych.

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

2. OZNACZENIE

BENZOESAN METYLU BN-68/6144-11

3. WYMAGANIA

Wymagania	
a) Wygląd	ciecz bezbarwna, klarowna
b) Zapach	silny, przypominający salicylan metylu
c) Liczba kwasowa, nie większa niż	1
d) Zawartość benzoesanu metylu, %, nie mniej niż	98
e) Gęstość d_{20}^{20}	1,089÷1,092

cd. tablicy

Wymagania	
f) Współczynnik załamania światła n_D^{20}	1,516÷1,518
g) Rozpuszczalność w 60-procentowym roztworze alkoholu etylowego w stosunku	1 : 3

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Opakowanie. Benzoesan metylu należy pakować w balony szklane umieszczone w koszach wiklinowych wyłożonych wolną, zabezpieczonych z góry kapturami, lub w beczki żelazne ocynkowane. Dopuszcza się także inne opakowania na życzenie odbiorcy.

Przy napełnianiu należy zostawić wolną przestrzeń nad cieczą na zmiany objętości w zależności od temperatury - około 5%.

Opakowanie powinno być zaplombowane odpowiednim znakiem kontroli technicznej odośnietym na płomie ołowianej lub aluminiowej.

4.2. Napisy na opakowaniu powinny być umieszczane zgodnie z PN-67/0-79252 i zawierać co najmniej:

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

W przypadku eksportu znakowanie należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.3. Przechowywanie. Benzoesan metylu należy przechowywać w chłodnym miejscu w naczyniach szczelnie zamkniętych, zabezpieczonych przed działaniem promieni słonecznych.

4.4. Transport. Benzoesan metylu może być transportowany wszelkimi środkami lokomocji z zachowaniem wymagań podanych w 4.3.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN/C-04505 i PN/C-04507. Próbki należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60008 losowo w zależności od liczby opakowań w partii w liczbie podanej w tablicy.

Zjednoczenie Przemysłu Chemii Gospodarczej
Ustanowiona przez Dyrektora 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)

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek jednostkowych
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 60	12
61 ÷ 100	16

Próbki pierwotne co najmniej po 50 ml należy zlać razem do suchego naczynia i wymieszać.

Uzyskaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną o objętości 200 ml należy podzielić na dwie części. Jedną część przeznaczyć do analiz bieżących, a drugą do analiz rozjemczych, którą należy przechowywać w archiwum przez trzy miesiące, a z partii przeznaczonej na eksport - przez 6 miesięcy.

5.2. Określanie wyglądu. Barwę określić organoleptycznie w przechodzącym świetle w probówce ze szkła bezbarwnego o średnicy około 10 mm.

5.3. Określanie zapachu. Koniec paska bibuły do sączenia bezwonnej o szerokości 0,5 cm, długości około 15 cm, zanurzyć w produkcie na głębokość około 15 mm. Powinien być wyczuwalny charakterystyczny zapach, zgodny z określeniem podanym w rozdz. 3 poz. a).

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 250 ml odważyć z dokładnością do 0,01 g około 5 g badanego benzoesu metylu, dodać 25 ml alkoholu etylowego zobjętnionego roztworem wodorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n normalnym alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do pierwszego różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 10 sek.

Liczbę kwasową (LK) obliczyć wg wzoru

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

w którym:

5,6 - liczba miligramów wodorotlenku potasowego zawartego w 1 ml 0,1n roztworu,

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka odważka benzoesu metylu, g.

5.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,1%.

5.5. Oznaczanie zawartości benzoesu metylu

5.5.1. Odczynniki i roztwory

- 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 stożkowej pojemności 250 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g około 1 g badanego benzoesu metylu, dodać 30 ml 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w temperaturze wrzenia w ciągu 2 godz. Po ostygnięciu miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5n roztworem kwasu solnego używając 5 kropli fenoloftaleiny jako wskaźnika. Należy przeprowadzić równolegle ślepą próbę.

Zawartość benzoesu metylu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{0,06807 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100}{m}$$

w którym:

0,06807 - ilość benzoesu metylu zmydlona przez 1 ml 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego, g,

V₁ - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania w ślepej próbie, ml,

V₂ - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m - odważka badanego benzoesu metylu, g.

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

5.6. Oznaczanie gęstości

5.6.1. 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.

5.6.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,0005.

5.7. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. Do próbki 25 ml odmierzyc pipetą 1 ml badanego benzoesu metylu i miareczkować 60-procentowym roztworem alkoholu etylowego, nieustannie mieszając zawartość próbki aż do całkowitego rozpuszczenia benzoesu metylu.

Oznaczanie należy wykonać w temperaturze 20°C.

5.8. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła oznacza się przy użyciu refraktometru Abbego w temperaturze 20°C.

Jeżeli oznaczanie przeprowadzone zostało w temperaturze wyższej lub niższej w granicach 20 ± 5°C, to wynik oblicza się wg wzoru

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,00043 (t - 20)$$

w którym:

n_D^t - współczynnik załamania światła w temperaturze pomiaru t°C,

t - temperatura pomiaru, °C.