

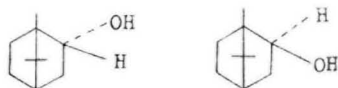
MYDŁA, ŚRODKI PIORĄCE I KOSMETYCZNO- PERFUMERYJNE	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Borneol syntetyczny	6144-22
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest borneol syntetyczny otrzymywany w drodze przeróbki terpentyny. Borneol syntetyczny jest mieszaniną stereoisomerów borneolu i izoborneolu z przeważającą ilością izoborneolu.

Borneol syntetyczny ma:

- a) wzór sumaryczny - $C_{10}H_{18}O$
b) wzór strukturalny



- c) masę cząsteczkową - 154,24.

1.2. Normy związane

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

PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych

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

2. OZNACZENIE

BORNEOL SYNTETYCZNY BN-70/6144-22

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Borneol syntetyczny powinien mieć postać białego krystalicznego proszku o charakterystycznym zapachu kamfory i pieprzu i smaku lekko piekącym.

¹⁾Symbol wg SWW: 1249-179-003.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne podano w tabelicy 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Temperatura topnienia, °C (K), nie mniej niż	200 (473)
b) Borneolu syntetycznego oznaczonego metodą Bukaży, %, nie mniej niż	95
c) Pozostałości nielotnych, %, nie więcej niż	0,07
d) Popiołu, %, nie więcej niż	0,01
e) Substancji nierozpuszczalnych w alkoholu, %, nie więcej niż	0,01
f) Chlorki w próbie z $AgNO_3$	nieobecne
g) Żelaza, %, nie więcej niż	0,001

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Borneol syntetyczny należy pakować w konwie ocynkowane pojemności 30 dm³. Każde opakowanie powinno być szczelnie zamknięte i za plombowane znakiem KT. Dopuszcza się inne opakowania uzgodnione między producentem a odbiorcą.

Napis na opakowaniu powinien być trwały i zawierać co najmniej:

- a) nazwę i adres wytwórni,
b) oznaczenie wg rodz. 2,
c) masę netto i brutto,
d) numer partii i datę produkcji,
e) cenę detaliczną,
f) znak KT.

W przypadku eksportu znakowanie należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Borneol syntetyczny należy przechowywać w chłodnym i suchym miejscu w opakowaniach szczelnie zamkniętych, zabezpieczonych przed działaniem promieni słonecznych.

4.3. Transport. Borneol syntetyczny opakowany wg 4.1 można przewozić wszelkimi środkami transportu zachowując postanowienia podane w 4.2.

Zakład Doświadczalny Chemii Gospodarczej Pollena
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej dnia 15 maja 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 czerwca 1971 r.
(Mon. Pol. nr 22/1970 poz. 181)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie temperatury topnienia,
- oznaczanie zawartości borneolu syntetycznego,
- oznaczanie zawartości pozostałości nielotnych,
- oznaczanie popiołu,
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu,
- sprawdzanie nieobecności chlorków,
- oznaczanie zawartości żelaza.

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500 i PN/C-60010. Próbkę należy pobierać losowo w zależności od liczby opakowań w partii wg tabl. 2

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek jednostkowych
do 15	6
16÷25	9
26÷63	12
64÷160	14

Masa próbki ogólnej powinna wynosić co najmniej 300 g. Średnią próbkę laboratoryjną o masie 100 g przygotować wg PN-67/C-04500. Próbkę do analizy rozjemczej należy przechowywać w szklanych słoikach szczelnie zamkniętych przez okres trzech miesięcy, a z partii przeznaczonych na eksport przez okres sześciu miesięcy.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie temperatury topnienia należy wykonać zgodnie z PN/C-04513.

5.3.2. Oznaczanie zawartości borneolu syntetycznego metodą Bukaly

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory

- Mieszanina estryfikująca: 10 g kwasu mrówkowego (96-procentowego) zmieszać z 3 g stężonego kwasu siarkowego (1,84).
- Ksylen cz.d.a.
- Wodorotlenek sodowy, roztwór nasycony.
- Chlorek sodowy, roztwór 1n sporządzony z nasyconego roztworu chlorku sodowego.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.2.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie kulistej z dnem płaskim z doszlifowanym korkiem pojemności 200 ÷ 300 cm³ odważyć z dokładnością do ±0,002 g około 5 g sporządzonej mieszaniny estryfikującej. Do tej samej kolby odważyć z tą samą dokładnością około 1,5 g badanego produktu. Kolbę wraz z zawartością mieszać przez 15 min, po czym dodać 5 cm³ ksylenu i 100 cm³ nasyconego roztworu chlorku sodowego i miareczkować wobec fenoloftaleiny nadmiar nieprzereagowanych kwasów.

Do miareczkowania używać 1n roztworu wodorotlenku sodowego sporządzonego z nasyconego roztworu chlorku sodowego. Równolegle wykonać ślepą próbę.

Zawartość procentową borneolu syntetycznego (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{V_1}{m_1} \cdot m_2 - V_2 \cdot 0,154 \cdot 100$$

w którym:

V_1 - objętość 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do ślepej próby, cm³,
 V_2 - objętość 1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do oznaczania właściwego, cm³,

m_1 - masa mieszaniny estryfikującej zużytej do ślepej próby, g,

m_2 - masa mieszaniny estryfikującej zużytej do próbki badanej, g,

m - odważka badanego produktu, g,

0,154 - ilość borneolu wydzielona w wyniku zużycia 1 cm³ 1n roztworu wodorotlenku sodowego do hydrolizy mrówczanu borowego, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości pozostałości nielotnych. Około 2,5 g badanego produktu odważonego z dokładnością do 0,0002 g umieścić w uprzednio zważonym tyglu porcelanowym o średnicy 50 ÷ 70 mm i suszyć do stałej masy w suszarce w temperaturze nie wyższej niż 100°C (373 K).

Zawartość pozostałości nielotnych (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

m_1 - odważka badanego produktu przed suszeniem, g,

m_2 - masa badanego produktu po suszeniu, g.

5.3.4. Oznaczanie popiołu. Około 15 g badanego produktu odważonego z dokładnością do 0,002 g umieścić w uprzednio odważonym tyglu porcelanowym i ogrzewać na łaźni piaskowej w temperaturze około 150°C (423 K). Pozostałość w tyglu wyprażyć w piecu mufowym do stałej masy.

Zawartość popiołu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

m_1 - odważka badanego produktu przed wyprażeniem, g,

m_2 - masa badanego produktu po wyprażeniu, g.

5.3.5. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w alkoholu. 10 g badanego produktu odważonego z dokładnością do 0,001 g wsypać do zlewki pojemności 150 cm³ i dolać 100 cm³ 96-procentowego alkoholu etylowego. Roztwór przesączyć przez lejek Schotta G3. Pozostałość w tyglu przemyć kilka razy alkoholem etylowym i suszyć do stałej masy w temperaturze nie wyższej niż 100°C (373 K).

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w alkoholu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - odważka badanego produktu, g,
 m_2 - masa badanego produktu po wysuszeniu, g.

5.3.6. Próba na obecność chlorków

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 96-procentowy.
- Kwas azotowy stężony (1,4) nie zawierający chloru.
- Azotan srebra, 10-procentowy roztwór alkoholowy.

5.3.6.2. Wykonanie próby. Około 5 g badanego produktu rozpuścić w 20 cm³ 96-procentowego alkoholu etylowego, dodać parę kropli kwasu azotowego i 3 cm³ 10-procentowego alkoholowego roztworu azotanu srebra. Badany produkt odpowiada wymaganiom, jeżeli intensywność powstałego zmętnienia nie jest większa niż intensywność roztworu porównawczego zawierającego te same odczynniki w tej samej objętości, lecz bez badanego produktu.

5.3.7. Oznaczanie zawartości żelaza

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 96-procentowy.
- Kwas solny stężony (1,19).
- Rodanek potasowy, roztwór 20-procentowy.
- Alkohol izoamylowy.
- Roztwór wzorcowy żelaza: 0,864 g chemicznie czystego alunu żelazowo-amonowego rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³, dodać 4 cm³ stężonego kwasu siarkowego (1,84) i dopełnić wodą do

kreski. 10 cm³ tego roztworu rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³. 1 cm³ otrzymanego roztworu zawiera 0,00001 g Fe³⁺. Roztwór ten można stosować tylko w dniu jego sporządzenia.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. Około 1 g badanego produktu, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, wsypać do cylindra pojemności 25 cm³ z doszlifowanym korkiem i rozpuścić w 3 ÷ 4 cm³ alkoholu etylowego 96-procentowego. Do roztworu dodać 15 cm³ wody, 1 cm³ kwasu solnego, 1 cm³ 20-procentowego roztworu rodanku potasowego, 3 cm³ alkoholu izoamylowego i dokładnie wymieszać aż do zaniku czerwonego zabarwienia warstwy wodnej i pojawienia się jego w warstwie alkoholu izoamylowego.

Do drugiego identycznego cylindra wlać 15 cm³ wody, te same ilości kwasu solnego i alkoholu izoamylowego, dodać z biurety wzorcowego roztworu żelaza, przygotowanego jak w 5.3.7.1 e) aż do wyrównania intensywności zabarwień warstw alkoholowych w obu cylindrach.

Porównanie zabarwienia przeprowadzić po wstrząśnięciu zawartości cylindra. Objętość roztworów w obu cylindrach należy wyrównać przez dodanie odpowiednich ilości wody.

Zawartość żelaza (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,00001 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- V - objętość wzorcowego roztworu żelaza, cm³,
 m - odważka badanego produktu, g,
 0,00001 - ilość Fe³⁺ zawarta w 1 cm³ roztworu wzorcowego żelaza sporządzonego wg 5.3.7.1 e), g.

K O N I E C