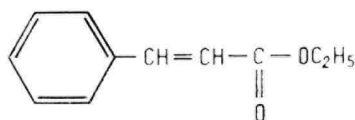


PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Środki zapachowe syntetyczne	6028-04
	Cynamonian etylu	Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest cynamonian etylu otrzymywany przez estryfikację kwasu cynamonowego alkoholem etylowym w obecności kwasu siarkowego jako katalizatora. Cynamonian etylu ma:

- wzór sumaryczny $C_{11}H_{12}O_2$
- wzór strukturalny



- masę cząsteczkową 176,21.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Cynamonian etylu stosowany jest jako składnik kompozycji zapachowych w przemyśle kosmetyczno-perfumeryjnym.

1.3. Normy związane

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

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

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

BN-69/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

2. OZNACZENIE

CYNAMONIAN ETYLU BN-72/6028-04
SWW 1249-127

3. WYMAGANIA

Tablica 1

Własności	Wymagania
a) Wygląd zewnętrzny (stan skupienia, barwa)	ciecz bezbarwna lub jasnożółta
b) Zapach	balsamiczno-słodki
c) Współczynnik załamania światła w temperaturze 20°C (n_D^{20})	1,559 — 1,561
d) Gęstość w temperaturze 20°C (ρ_4^{20}), g/cm ³	1,049 — 1,052
e) Zawartość estrów w przeliczeniu na cynamonian etylu, %, nie mniej niż	98
f) Liczba kwasowa, nie więcej niż	1
g) Rozpuszczalność w 70-procentowym alkoholu etylowym w stosunku objętościowym	1 : 5

¹⁾ Symbol wg SWW: 1249-127.

Zakład Doświadczalny Chemii Gospodarczej POLLENA
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA
dnia 20 października 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji
od dnia 1 lipca 1973 r. (Dz. Norm. i Miar nr 1/1973 poz. 2)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Cynamonian etylu należy pakować w szczelne i szczelnie zamknięte bębny stalowe ocynkowane wg BN-69/5046-01, typ 2, grupa 1, rodzaj 3, pojemności nominalnej 100 lub 200 dm³, zostawiając około 5%, wolnej przestrzeni na rozszerzalność cieplną cieczy pod wpływem temperatury. Opakowanie należy zaplombować plombą aluminiową lub ołowianą z odcisniętym na niej odpowiednim znakiem kontroli jakości.

4.2. Znakowanie powinno być zgodne z PN-67/O-79252 i powinno zawierać co najmniej:

- nazwę i adres wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- nr partii,
- znak kontroli jakości,
- masę netto, brutto i tarę,
- datę produkcji.

4.3. Przechowywanie. Cynamonian etylu opakowany wg 4.1 należy przechowywać w ciemnych i chłodnych pomieszczeniach w temperaturze nie wyższej niż 20°C. Czas przechowywania produktu nie powinien być dłuższy niż 6 miesięcy.

4.4. Transport. Cynamonian etylu opakowany wg 4.1 należy transportować krytymi środkami transportowymi. Bębny w środku transportowym (samochód, wagon kolejowy) należy ustawiać ściśle obok siebie w jednej warstwie, otworami do góry, tak aby tworzyły zwartą całość i zabezpieczyć je przed przesuwaniem i przetaczaniem.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne PN-67/C-04500. Próbkę pierwotną należy pobierać zgłębnikiem wg PN/C-60008 lub pipetą sięgającą do dna opakowania. W zależności od liczności partii wybrać w sposób losowy następujące liczby opakowań do pobierania próbek pierwotnych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczność partii, sztuk	Liczność próbek, sztuk
do 15	6
16÷25	9
26÷63	12
64÷160	14

Pobrane próbki pierwotne z każdego opakowania o wielkości co najmniej 50 cm³ zlać do su-

chego i czystego naczynia i wymieszać. Z uzyskanej w ten sposób próbki ogólnej wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o objętości co najmniej 200 cm³ i podzielić na dwie równe części. Jedną z nich przeznaczyć do analiz bieżących, a drugą przechowywać w archiwum przez okres trzech miesięcy z przeznaczeniem do analiz rozjemczych. W przypadku partii przeznaczonej na eksport próbkę przechowywać przez okres sześciu miesięcy.

Na opakowaniach obydwu próbek należy umieścić co najmniej:

- nazwę i adres producenta,
- nazwę produktu,
- nr i wielkość partii,
- datę pobrania próbki.

5.2. Opis badań

5.2.1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego. 10 cm cynamonianu etylu umieścić w próbówce ze szkła bezbarwnego o średnicy 15 mm i sprawdzić jego wygląd w dziennym świetle przechodzącym.

5.2.2. Sprawdzanie zapachu. Badanym cynamonianem etylu zwilżyć koniec paska bibuły do sączenia o szerokości 0,5÷1 cm i długości 15 cm. Powinien być wyczuwalny charakterystyczny zapach, zgodny z podanym w tabl. 1.

5.2.3. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła (n_D^{20})

oznaczyć za pomocą refraktometru Abbego w temperaturze 20°C. Jeżeli oznaczanie wykonuje się w temperaturze różnej od 20°C w granicach $\pm 5^\circ\text{C}$, to wynik należy obliczyć wg wzoru

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,000423 (t - 20^\circ\text{C})$$

w którym:

- n_D^t — współczynnik załamania światła w temperaturze pomiaru,
 t — temperatura, w której wykonano pomiar, °C.

5.2.4. Oznaczanie gęstości

5.2.4.1. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie gęstości (masy właściwej) należy wykonać zgodnie z PN-66/C-04004 w temperaturze 20°C. Przy analizach ruchowych oznaczanie należy wykonać za pomocą wagi hydrostatycznej, a przy analizach rozjemczych za pomocą piknometru.

5.2.4.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,002.

5.2.5. Oznaczanie zawartości cynamonianu etylu

5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

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

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ ze szlifem odważyć 2 g badanego cynamonianu etylu z dokładnością do 0,001 g. Obecne w estrze kwasy zobojętnić. W tym celu należy dodać 5 cm³ zobojętnionego alkoholu etylowego, 2÷4 kropli roztworu fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego, aż do uzyskania różowego zabarwienia. Następnie do zobojętnionej próbki dodać 30 cm³ 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego dokładnie odmierzonego biuretą i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w temperaturze wrzenia przez 1 godz. Po ostudzeniu próbki dodać 2÷4 kropli roztworu fenoloftaleiny i miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5n roztworem kwasu solnego do zaniku barwy wskaźnika. Równolegle należy wykonać ślepią próbę.

Zawartość cynamonianu etylu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,08810}{m} \cdot 100$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania ślepej próby, cm³,
- V_1 — objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,
- 0,08810 — ilość cynamonianu etylu zmydlonego przez 1 cm³ 0,5n roztworu wodorotlenku potasowego, g/cm³,
- m — masa badanej próbki, g.

5.2.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch

oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 1⁰/₀.

5.2.6. Oznaczanie liczby kwasowej

5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy 96-procentowy, zobojętniony.
- Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1n roztwór alkoholowy.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ odważyć 5 g badanego cynamonianu etylu z dokładnością do 0,01 g, dodać cylindrem pomiarowym 25 cm³ zobojętnionego alkoholu etylowego i wymieszać do całkowitego rozpuszczenia cynamonianu etylu. Następnie dodać 3÷5 kropli roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem wodorotlenku potasowego do uzyskania różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 s.

Liczbę kwasową (X_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{5,6 \cdot V}{m}$$

w którym:

- 5,6 — ilość wodorotlenku potasowego w 1 cm³ 0,1n roztworu, g/cm³,
- V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m — masa badanej próbki, g.

5.2.6.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 0,001.

5.2.7. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym

5.2.7.1. Odczynniki. Alkohol etylowy 70-procentowy.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Do suchej próbki pojemności 25 cm³ odmierzyć pipetą 1 cm³ cynamonianu etylu i następnie dodawać z biurety kroplami (wstrząsając zawartość próbki) 70-procentowy alkohol etylowy, aż do uzyskania klarownego roztworu. Oznaczanie należy przeprowadzić w temperaturze około 20°C.

KONIEC