

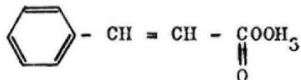
PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Cynamonian metylu	6144-24
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest związek otrzymywany przez estryfikację kwasu cynamonowego alkoholem metylowym, stosowany jako składnik kompozycji zapachowych, o nazwie: cynamonian metylu.

Cynamonian metylu ma:

a) wzór sumaryczny $C_{10}H_{10}O_2$

b) wzór strukturalny 

c) ciężar cząsteczkowy 162,18.

1.2. Normy związane

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

PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych

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

CYNAMONIAN METYLU BN-70/6144-24

3. WYMAGANIA

Wymagania fizyko-chemiczne podane w tabl. 1.

¹⁾Symbol wg SWW: 1249-126.

Tablica 1

Lp.	Własności	Wymagania
1	Wygląd	ciecz krzepnąca, bezbarwna do lekko żółtej
2	Zapach	balsamiczno-owocowo-korzenny
3	Liczba kwasowa, nie więcej niż	1
4	Temperatura krzepnięcia, °C (K), nie mniej niż	33,2 (306,2)
5	Zawartość estrów w przeliczeniu na cynamonian metylu, %, nie mniej niż	98
6	Rozpuszczalność w 80-procentowym alkoholu etylowym	1 : 4

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Cynamonian metylu należy pakować w beczki żelazne ocynkowane pojemności 50÷200 dm³ lub w butle aluminiowe pojemności 5÷15 dm³. Przy napełnianiu należy zostawić około 5% wolnej przestrzeni nad cieczą na zmianę objętości w zależności od temperatury. Opakowanie powinno być za plombowane odpowiednim znakiem kontroli technicznej, odcisniętym na plombie ołowianej lub aluminiowej.

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

a) nazwę i adres wytwórni,

Zakład Doświadczalny Chemii Gospodarczej POLLENA

Ustanowione przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA dnia 18 kwietnia 1970 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1970 r.

(Mon. Pol. nr 20/1970 poz. 172)

- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) numer partii,
- d) znak kontroli technicznej,
- e) masę netto, brutto, tara,
- f) datę produkcji.

4.3. Przechowywanie. Cynamonian metylu należy przechowywać w zamkniętych beczkach żelaznych ocynkowanych lub bankach aluminiowych, nie wystawionych na działanie promieni słonecznych.

4.4. Transport. Cynamonian metylu można przewozić dowolnymi środkami transportowymi, przy zachowaniu postanowień wg 4.3.

5. BADANIA

5.1. Program badań

- a) określanie barwy,
- b) określanie zapachu,
- c) oznaczanie liczby kwasowej,
- d) oznaczanie zawartości cynamonianu metylu,
- e) oznaczanie temperatury krzepnięcia,
- f) oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym.

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500. Próbkę pierwotną pobierać zgłębnikiem zgodnym z PN/C-60008. W zależności od liczności partii należy wybrać losowo liczbę opakowań do pobrania próbek pierwotnych zgodnie z tabl. 2.

Tablica 2

Lp.	Liczność partii sztuk	Liczność próbki sztuk
1	do 5	wszystkie
2	6 ÷ 15	6
3	16 ÷ 25	9
4	26 ÷ 63	12
5	64 ÷ 160	14

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbkę jednostkową składającą się z 2 próbek pierwotnych wielkości 100 cm³ każda, pobranych z dostępnej, możliwie najgłębszej i możliwie najpłytszej warstwy produktu. Utworzyć próbkę ogólną przez zlanie próbek pierwotnych do czystej i suchej zlewki oraz dokładne wymieszanie ich.

Z uzyskanej próbki ogólnej odlać średnią próbkę laboratoryjną wielkości 200 ÷ 300 cm³ i podzielić ją na połowy. Jedną połowę przeznaczyć do badań bieżących, drugą - do badań rozjemczych. Próbkę przeznaczoną do badań rozjemczych należy przechowywać przez okres 3 miesięcy w przypadku odbiorcy krajowego, a w przypadku partii przeznaczonej na eksport - przez okres 6 miesięcy.

5.3. Opis badań

5.3.1. Określanie barwy. 10 cm³ cynamonianu metylu umieścić w probówce ze szkła bezbarwnego średnicy 15 mm i sprawdzić jego wygląd w dziennym świetle przechodzącym.

5.3.2. Określanie zapachu. Badany cynamonian metylu zwilżyć koniec paska bibuły do sączenia szerokości 0,5 ÷ 1 cm i długości 15 cm. Wyczuwalny zapach powinien być charakterystyczny dla cynamonianu metylu, zgodny z wymaganiami wg tabl. 1 lp. 2.

5.3.3. Oznaczanie liczby kwasowej

5.3.3.1. 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.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ odważyć 5 g badanego cynamonianu metylu z dokładnością do 0,01 g, dodać cylindrem pomiarowym 25 cm³ zobojętnionego alkoholu etylowego i wymieszać do całkowitego rozpuszczenia się cynamonianu metylu. 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 (X_1) obliczyć wg wzoru

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

w którym:

5,6 - ilość wodorotlenku potasowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu kwasu solnego, g,

V - objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,

g - odważka cynamonianu metylu, g.

5.3.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1.

5.3.4. Oznaczanie zawartości cynamonianu metylu

5.3.4.1. 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.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 cm³, ze szlifem, odważyć 2 g badanego cynamonianu metylu z dokładnością do 0,001 g. Obecne w estrze kwasy zobojętnić. W tym celu należy dodać 5 cm³ zobojętnionego alkoholu etylowego, 2-4 krople 1-procentowego 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 odmierzonymi biureta i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w temperaturze

wrzenia w ciągu 1 godz. Po ostudzeniu próbki dodać 2-4 krople 1-procentowego roztworu fenoloftaleiny i miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5n roztworem kwasu solnego aż do zaniku barwy wskaźnika. Równolegle należy wykonać ślepe próby.

Zawartość cynamonianu metylu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,08109}{g} \cdot 100$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania w ślepej próbie, cm^3 ,

V_2 - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania we właściwym oznaczaniu, cm^3 ,

0,08109 - liczba gramów cynamonianu metylu zawartego przez 1 cm^3 0,5n roztworu wodorotlenku potasowego,

g - odważka cynamonianu metylu, g.

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

5.3.5. Oznaczanie temperatury krzepnięcia należy wykonać zgodnie z PN/C-04514.

5.3.6. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym

5.3.6.1. Odczynniki. Alkohol etylowy 80-procentowy (% obj.).

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. Do suchej próbki pojemności 25 cm^3 odmierzyć pipetą 1 cm^3 cynamonianu metylu i następnie dodawać z biurety kroplami (wstrząsając zawartość próbki) 80-procentowy alkohol etylowy aż do uzyskania klarownego roztworu.

Oznaczanie należy przeprowadzić w temperaturze około 20°C (293 K).

5.4. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań. Do każdej partii cynamonianu metylu 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

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/6144-24

Norma zgodna z Indekssem Giwoudana (The Giwoudan Index).