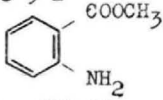


|                                    |                     |                       |
|------------------------------------|---------------------|-----------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA      | BN-68                 |
|                                    | Produkty organiczne | 6144-12               |
|                                    | Antranilan metylu   | Grupa katalogowa X 21 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest antranilan metylu - produkt organiczny, otrzymywany syntetycznie przez estryfikację kwasu antranilowego alkoholem metylowym, a następnie oczyszczany poprzez destylację pod próżnią lub dodatkowo krystalizowany.

Antranilan metylu ma:

- a) wzór sumaryczny -  $C_8H_9O_2N$
- b) wzór strukturalny 
- c) ciężar cząsteczkowy - 151,16.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Antranilan metylu stosowany jest jako składnik w kompozycjach perfumeryjnych oraz do 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-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

ANTRANILAN METYLU BN-68/6144-12

3. WYMAGANIA

| Wymagania                                                                   |                                                                                                        |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| a) Barwa                                                                    | ciecz bezbarwna lub lekko żółta z niebieską fluorescencją; dopuszczalna barwa jasnobrązowa             |
| b) Zapach                                                                   | intensywny, w rozcieńczeniu przypominający zapach kwiatu pomarańczy; smak gorzki; aromat grapefruitowy |
| c) Liczba kwasowa, nie większa niż                                          | 1                                                                                                      |
| d) Zawartość antranilanu metylu, %, co najmniej                             | 98                                                                                                     |
| e) Gęstość $d_{20}^{20}$                                                    | 1,164 ÷ 1,168                                                                                          |
| f) Współczynnik załamania światła $n_D^{20}$                                | 1,580 ÷ 1,588                                                                                          |
| g) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż                              | 23                                                                                                     |
| h) Rozpuszczalność w 60-procentowym roztworze alkoholu etylowego w stosunku | 1 : 3                                                                                                  |

4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Antranilan metylu należy pakować w beczki żelazne ocynkowane. Przy napełnianiu zostawić wolną przestrzeń nad cieczą na zmianę objętości w zależności od temperatury - około 5% objętości. Opakowanie powinno być zaplombowane 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:

- a) nazwę i adres wytwórni,  
b) oznaczenie wg rozdz. 2,  
c) numer partii,

Zjednoczenie Przemysłu Chemicznego  
Ustanowiona przez Dyrektora Przemysłu Chemicznego dnia 30 maja 1968 r.  
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 stycznia 1969 r.  
(Mon. Pol. nr 32/1968 poz. 220)

d) znak kontroli technicznej,

e) wagę netto i brutto.

W przypadku eksportu znakowanie należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

**4.3. Przechowywanie.** Antranilan metylu należy przechowywać w beczkach żelaznych ocynkowanych, szczelnie zamkniętych, chroniących produkt przed działaniem światła, najlepiej w chłodnym pomieszczeniu.

**4.4. Transport.** Antranilan metylu może być transportowany wszelkimi środkami lokomocji.

## 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN/C-04505, PN/C-04507 i zgłębnik wg PN/C-60008. W przypadku skrzepnięcia całość antranilanu metylu znajdującą się w danym opakowaniu należy roztopić.

Próbki należy pobierać losowo w zależności od liczby opakowań w partii w liczbie podanej w tablicy.

| Liczba opakowań w partii | Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek jednostkowych |
|--------------------------|------------------------------------------------------------|
| do 5                     | wszystkie                                                  |
| 6 ÷ 15                   | 6                                                          |
| 16 ÷ 25                  | 9                                                          |
| 26 ÷ 63                  | 12                                                         |
| 64 ÷ 100                 | 16                                                         |

Próbki pierwotne o objętości co najmniej 50 ml zlać razem. Uzyskaną w ten sposób próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części, z których jedną o objętości 100 ml należy przechować do analizy rozjemczej przez 3 miesiące, a z partii przeznaczonej na eksport - przez 6 miesięcy. Drugą próbkę wykorzystać do analiz.

**5.2. Określanie barwy.** Barwę określić organoleptycznie w próbówce ze szkła bezbarwnego o średnicy 15 mm w przechodzącym świetle.

**5.3. Określanie zapachu.** Kroplą badanego antranilanu metylu zwilżyć koniec paska bibuły do sączenia bezwonnej o szerokości 0,5 ÷ 1 cm i długości około 15 cm.

Zapach powinien być swoisty, bez obcych domieszek, zgodny z określeniem w rozdz. 3 poz. b).

### 5.4. Oznaczanie liczby kwasowej

#### 5.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy rektyfikowany.

b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

c) 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 antranilanu metylu, dodać 25 ml alkoholu etylowego zobojętnionego roztworem wo-

dorotlenku potasowego wobec fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do pierwotnego różowego zabarwienia nie znikającego po około 10 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 przy miareczkowaniu, ml,

m - odważka antranilanu metylu, g.

**5.4.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą wartością liczbową większą niż 0,1.

### 5.5. Oznaczanie zawartości antranilanu metylu

#### 5.5.1. 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.

**5.5.2. Wykonanie oznaczania.** W kolbie stożkowej pojemności 100 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g około 1,5 g badanego antranilanu metylu, dodać 35 ml 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną w ciągu 2 godz. Po ostygnięciu miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego ściśle 0,5n roztworem kwasu solnego, używając 5 kropli fenoloftaleiny jako wskaźnika. Należy równolegle przeprowadzić ślepa próbę.

Zawartość antranilanu metylu (X) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,07558 \cdot (V_1 - V_2)}{m} \cdot 100$$

w którym:

0,07558 - ilość antranilanu metylu zmydlona przez 1 ml 0,5n roztworu wodorotlenku potasowego, g,

V<sub>1</sub> - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania ślepej próby, ml,

V<sub>2</sub> - objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania badanej próbki, ml,

m - odważka antranilanu metylu, g.

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

**5.6. Oznaczanie gęstości.** Gęstość antranilanu metylu należy oznaczyć areometrem wg PN-66/C-04004

w temperaturze 20°C. W przypadku analiz rozjem-  
czych należy stosować oznaczanie gęstości za po-  
mocą piknometru.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną  
wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących  
się między sobą więcej niż o 0,0005.

5.7. Oznaczanie współczynnika załamania świat-  
ła. 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

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

w którym:

$n_D^t$  - współczynnik załamania światła w tempera-  
turze  $t^\circ\text{C}$ ,

$t$  - temperatura pomiaru,  $^\circ\text{C}$ .

5.8. Oznaczanie temperatury krzepnięcia należy  
wykonać wg PN/C-04514.

5.9. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu e-  
tylowym. Do probówki pojemności 25 ml odmierzyć  
pipetą 1 ml badanego antranilanu metylu i mia-  
reczkować 60-procentowym (% obj.) roztworem alko-  
holu etylowego aż do całkowitego rozpuszczenia  
antranilanu metylu.

Oznaczanie należy wykonać w temperaturze 20°C.

K O N I E C