

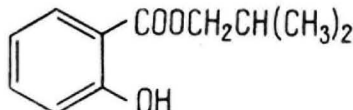
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-63 6144-02
	Produkty organiczne Salicylan izobutyłu	
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest salicylan izobutyłu mający zastosowanie w przemyśle perfumeryjnym i kosmetycznym.

1.2. Określenia. Salicylan izobutyłu jest związkiem otrzymywanym przez estryfikację kwasu salicylowego alkoholem izobutylovym i ma:

a) wzór sumaryczny $C_{11}H_{14}O_3$



b) wzór budowy

c) masa cząsteczkowa 194,22

1.3. Oznaczenie

SALICYLAN IZOBUTYLU BN-63/6144-02

1.4. Normy związane

- PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)
 PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
 PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Salicylan izobutyłu powinien być cieczą bezbarwną, bez zanieczyszczeń mechanicznych, nierozpuszczalną w wodzie, rozpuszczalną w rozpuszczalnikach organicznych.

2.2. Wymagania szczegółowe

- a) barwa - bezbarwna,
 b) zapach - zapach charakterystyczny z nutą koniczyny i orchidei,
 c) liczba kwasowa - najwyżej 1,
 d) zawartość salicylanu izobutyłu - co najmniej 98%,
 e) gęstość w temperaturze 20°C - 1,066 ± 1,073,
 f) współczynnik załamania światła n_D^{20} - 1,508 ± 1,512,
 g) rozpuszczalność w alkoholu etylowym - 1 objętość estru w 7 objętościach 80-procentowego roztworu alkoholu.

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Salicylan izobutyłu należy dostarczać w suchych i czystych beczkach ocynkowanych lub aluminiowych pojemności 200 l, 100 l lub mniejszej.

Przy napełnianiu należy zostawić wolną przestrzeń nad cieczą, około 5% pojemności opakowania, na zmianę objętości w zależności od temperatury.

3.2. Znakowanie. Na opakowaniu powinien być umieszczony napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę i adres wytwórni,
 b) oznaczenie wg 1.3,
 c) numer partii,
 d) znak kontroli technicznej,
 e) masę netto, brutto i tarę.

Opakowanie musi być zaplombowane odpowiednim znakiem kontroli technicznej odcisniętym na plombie ołowianej lub aluminiowej.

Zjednoczenie Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków dnia 28 grudnia 1963 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 22 lutego 1964 r.
 (Mon. Pol. nr 16/1964 poz. 78 i Mon. Pol. nr 5/1965, poz. 17)

3.3. Przechowywanie i transport. Salicylan izobutyłu należy przechowywać w zamkniętych opakowaniach, w chłodnym pomieszczeniu.

Salicylan izobutyłu może być transportowany wszelkimi środkami lokomocji.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować postanowienia PN-66/C-04004 i PN-67/C-04500. Próbkę pierwotną należy pobierać zgłębnikiem wg PN-74/C-60008 lub pipetą odpowiedniej długości.

W zależności od liczności opakowań w partii należy wybrać losowo następujące liczby opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek jednostkowych
szuk	
5	z każdego opakowania
6+15	6
16+25	9
26+60	12

Próbki pierwotne, wielkości najwyżej 50 ml, należy umieszczać w czystych, suchych naczyniach. Pobrane próbki pierwotne należy zlać do czystej zlewki i wymieszać. Uzyskaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną, o zawartości co najmniej 200 ml, należy zlać do dwóch czystych butelek (każda próbka co najmniej 100 ml).

Na każdej butelce należy nakleić etykietkę zawierającą nazwę wytwórni, nazwę produktu, numer partii i datę pobrania próbki.

Jedną z butelek pozostawia się w archiwum, a drugą przeznacza się do analizy bieżącej.

4.2. Opis badań

4.2.1. Sprawdzenie barwy należy wykonać organoleptycznie w próbówce ze szkła bezbarwnego.

4.2.2. Sprawdzenie zapachu. Koniec paska bibuły do sączenia o szerokości $0,5 \div 1$ cm i długości 15 cm zwilża się badanym salicylanem izobutyłu. Salicylan izobutyłu powinien wykazywać zapach swoisty bez obcych domieszek.

4.2.3. Oznaczanie gęstości. Oznaczanie gęstości należy wykonywać w temperaturze 20°C za pomocą piknometru wg PN-66/C-04004. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,0005.

4.2.4. Oznaczanie liczby kwasowej

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy rektyfikowany.
- Fenoloftaleina 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1N roztwór alkoholowy.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml należy odważyć, z dokładnością do 0,01 g, około 5 g badanego salicylanu izobutyłu, dodać pipetą 25 ml alkoholu etylowego zobojętnionego ługiem potasowym wobec fenoloftaleiny, zamieszać do całkowitego rozpuszczenia się salicylanu izobutyłu, dodać 1 ml fenoloftaleiny i miareczkować 0,1N alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 s.

Liczbę kwasową X_1 należy obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{5,6 \cdot a}{G}$$

w którym:

- a - objętość 0,1N roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, ml,
 G - odważka salicylanu izobutyłu, g,
 5,6 - ilość wodorotlenku potasowego w 1 ml 0,1N roztworu, mg.

4.2.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,1.

4.2.5. Oznaczanie zawartości salicylanu izobutyłu

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

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

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml należy odważyć, z dokładnością do 0,001 g, około 2 g badanego salicylanu izobutyłu. Obecne w estrze kwasy należy zobojętnić. W tym celu należy dodać 5 ml zobojętnionego wobec fenoloftaleiny 95-procentowego alkoholu etylowego oraz 5 kropli fenoloftaleiny i miareczkować 0,1N alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego aż do uzyskania różowego zabarwienia. Następnie dodać 30 ml 0,5N alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną na łaźni wodnej w temperaturze wrzenia w ciągu 1 h. Po ostygnięciu miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5N roztworem kwasu solnego, używając 10 kropli fenoloftaleiny jako wskaźnika. Równolegle należy przeprowadzać ślepą próbę.

Zawartość salicylanu izobutyli X_2 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(a - b) \cdot 0,09711 \cdot 100}{G}$$

w którym:

a - objętość 0,5N roztworu kwasu solnego zużytego przy miareczkowaniu ślepej próby, ml,

b - objętość 0,5N roztworu kwasu solnego zużytego przy miareczkowaniu próby właściwej, ml,

G - odważka salicylanu izobutyli, g,

0,09711 - ilość salicylanu izobutyli zmydlonego 1 ml 0,5N roztworu wodorotlenku potasowego, g.

4.2.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 1%.

4.2.6. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła oznacza się przy użyciu refraktometru Abbego w temperaturze 20°C. Jeśli oznaczanie przeprowadzone zostało w temperaturze różnej od 20°C w granicach $\pm 5^\circ\text{C}$, to wynik należy obliczyć wg wzoru

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,00042 (t - 20)$$

w którym:

n_D^t - współczynnik załamania światła w temperaturze pomiaru,

t - temperatura pomiaru, °C.

4.2.7. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. Do probówki pojemności 25 ml należy odmierzyć pipetą 1 ml badanego salicylanu izobutyli i dodawać z biurety, ciągle mieszając, 80-procentowy roztwór alkoholu etylowego aż do całkowitego rozpuszczenia się salicylanu izobutyli.

Oznaczanie należy przeprowadzać w temperaturze około 20°C.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

Uwagi do wydania III

a) uaktualniono normy związane,

b) wprowadzono zmiany w p. 1.2 b) i 2.2 b).