

MYDŁA, ŚRODKI PIORĄCE I WYROBY KOSMETYCZNO- -PERFUMERYJNE	NORMA BRANŻOWA		BN-70
	Terpineol		6144-21
			Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

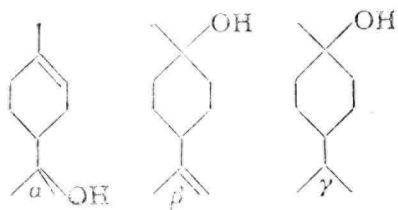
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest terpineol mający zastosowanie w perfumerii. Terpineol jest produktem organicznym, mieszaniną trzech izomerów, otrzymywanym w drodze przeróbki terpentyny lub pinenów.

Terpineol ma:

a) wzór sumaryczny $C_{10}H_{18}O$

b) wzór strukturalny



c) masę cząsteczkową 154,24.

1.2. 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

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Odmiany. Rozróżnia się dwie odmiany terpineolu:

- terpineol ekstra,
- terpineol Ia,

2.2. Przykład oznaczenia terpineolu ekstra:

TERPINEOL EKSTRA BN-70/6144-21

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Terpineol w temperaturze 20°C (293 K) jest cieczą oleistą, klarowną,

o charakterystycznym zapachu. Terpineol jest nierozpuszczalny w wodzie, natomiast rozpuszczalny jest w rozpuszczalnikach organicznych.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Odmiana ekstra	Odmiana Ia
a) Barwa	bezbarwny	bezbarwny do jasnołomkowego
b) Zapach	bzowy, porównywalny z wzorcem	
c) Liczba kwasowa, nie więcej niż	1	1
d) Zawartość alkoholi w przeliczeniu na terpineol, %, nie mniej niż	98	95
e) Gęstość względna d_{20}^{20}	$0,935 \pm 0,009$	$0,932 \pm 0,040$
f) Współczynnik załamania światła n_D^{20}	$1,4820 \pm 1,4850$	$1,481 \pm 1,485$
g) Rozpuszczalność 1 objętości terpineolu w roztworze alkoholu etylowego:		
70-procentowym	1 : 2	1 : 2
60-procentowym	1 : 4	1 : 4
50-procentowym	1 : 9	1 : 9

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE, TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Terpineol należy pakować w konwie z blachy stalowej ocynkowanej, pojemności 10÷30 dm³ lub w bębny z blachy stalowej ocynkowanej pojemności 100÷200 dm³ wg BN-69/5046-03, dopełniając je do około 95% objętości. Każde opakowanie powinno być szczelnie zamknięte i zaplombowane znakiem KT. Dopuszcza się także inne opakowania uzgodnione między producentem a odbiorcą.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1249-174.

Napis na beczce powinien być trwały i zawierać co najmniej:

- a) nazwę i adres wytwórni,
- b) oznaczenie wg 2.2 z podaniem odmiany,
- c) masę netto, brutto i tarę,
- d) znak KT,
- e) datę produkcji.

W przypadku eksportu znakowanie należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Terpeneol powinien być przechowywany w opakowaniach szczelnie zamkniętych, w chłodnym i suchym miejscu, zabezpieczonych przed działaniem promieni słonecznych.

4.3. Transport. Terpeneol pakowany wg 4.1 można transportować wszelkimi środkami transportu z zachowaniem postanowień 4.2.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) określanie barwy,
- b) określanie zapachu,
- c) oznaczanie liczby kwasowej,
- d) oznaczanie zawartości alkoholu w przeliczeniu na terpeneol,
- e) oznaczanie gęstości,
- f) oznaczanie współczynnika załamania światła,
- g) oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym.

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne podane w PN-67/C-04500 i PN/C-60008. Przed przystąpieniem do pobierania próbek opakowania należy ogrzać do całkowitego stopienia skrzepniętego terpeneolu. Próbkę należy pobrać 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 ÷ 43	12
64 ÷ 160	14

W przypadku pakowania terpeneolu odmiany ekstra w beczki pojemności 200 dm³ próbki należy pobierać z każdego opakowania. Próbkę pierwotne objętości co najmniej 50 cm³ umieszczać w czystych i suchych naczyniach. Pobrane próbki pierwotne należy zlać do czystej, suchej zlewki i wymieszać.

Uzyskaną w ten sposób średnią próbkę laboratoryjną objętości co najmniej 200 cm³ należy

rozlać do dwóch butelek (każda próbka co najmniej 100 cm³).

Na każdej butelce należy nakleić etykietkę zawierającą nazwę wytwórni, nazwę produktu z podaniem odmiany, numer partii i datę pobrania próbki. Jedną z próbek pozostawić w archiwum na okres 3 miesięcy, a w przypadku eksportu przez okres 6 miesięcy, drugą przeznaczyć do analizy bieżącej.

5.3. Opis badań

5.3.1. Określanie barwy. 5 ÷ 10 cm³ badanego terpeneolu umieścić w probówce ze szkła bezbarwnego i sprawdzić wygląd w świetle przechodzącym.

5.3.2. Określanie zapachu. Koniec paska bibuły do sączenia bezwonnej szerokości 0,5 cm, długości około 15 cm zanurzyć w terpeneolu do około 15 mm; powinien być wyczuwalny charakterystyczny zapach.

W przypadkach spornych zapach należy porównać z zapachem wzorca.

5.3.3. Oznaczanie liczby kwasowej

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany.
- b) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.
- c) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,1n roztwór alkoholowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ odważyć z dokładnością do 0,01 g około 5 g badanego terpeneolu, dodać 25 cm³ alkoholu etylowego zobojętnionego roztworem wodorotlenku potasowego wobec roztworu fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do pierwszego różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 10 sek.

Liczbe kwasową (X) obliczyć wg wzoru

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

w którym:

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

m — odważka terpeneolu, g,

5,6 — liczba miligramów wodorotlenku potasowego w 1 cm³ 0,1n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego.

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

5.3.4. Oznaczanie zawartości alkoholu w przeliczeniu na terpineol

5.3.4.1. Odczyniki i roztwory

- Bezwodnik octowy cz.d.a.
- Kwas mrówkowy 98÷100-procentowy cz.d.a.
- Kwas solny cz.d.a. (1,19), roztwór 0,5n.
- Wodorotlenek potasowy cz.d.a., 0,5n roztwór alkoholowy.

e) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

f) Mieszanina formylująca: do 50 cm³ bezwodnika octowego, oziębionego w kolbie z doszlifowanym korkiem do temperatury 0÷10°C (273÷283 K) powoli dodawać, ciągle mieszając, 25 cm³ kwasu mrówkowego. Przy sporządzaniu mieszaniny formylującej chronić ją od wilgoci i uważać, aby temperatura mieszaniny nie przekroczyła 15°C (288 K). Następnie powoli, w ciągu 15 min ogrzać mieszaninę do temperatury 50°C (323 K) i szybko ochłodzić w wodzie z lodem. Mieszaninę formylującą należy przechowywać do dalszej pracy w temperaturze poniżej 15°C (258 K). Mieszanina ta powinna być bezbarwna.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 100 cm³ z doszlifowanym korkiem odmierzyć 15 cm³ mieszaniny formylującej, ochłodzić w wodzie z lodem i po oziębieniu dodać powoli 10 cm³ badanego terpineolu. Po dodaniu należy zamknąć kolbę korkiem i wytrząsnąć dokładnie, a następnie wstawić na 1 godz do wody z lodem wstrząsając okresowo dla zemulgowania mieszaniny, jeżeli nastąpi jej rozwarstwienie. Utrzymywać kolbę przez 72÷96 godz w temperaturze 20÷22°C (293÷295 K), a następnie przenieść do rozdzielacza, przemyć kolbę stożkową 50 cm³ zimnej wody z lodem i dołączyć ostrożnie popłuczki do mieszaniny w rozdzielaczu. Pozostawić do rozwarstwienia na 2 godz, oddzielić warstwę wodną, przemyć warstwę olejową 50 cm³ wody i kilkakrotnie 50 cm³ 5-procentowego roztworu węglanu sodowego aż do momentu, gdy ostatnie płukanie wykaże odczyn alkaliczny wobec 2 kropli roztworu fenoloftaleiny. Następnie warstwę olejową przemyć 50 cm³ wody i pozostawić do osuszenia z bezwodnym siarczanem sodowym. W kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ odważyć z dokładnością do 0,001 g około 1,2 g sformylowanego terpineolu, dodać 30 cm³ 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze wrzenia pod chłodnicą zwrotną dokładnie na 2 godz.

Po ostygnięciu miareczkować nadmiar wodorotlenku potasowego 0,5n roztworem kwasu solnego wobec 10 kropli roztworu fenoloftaleiny

jako indykatora. Należy równolegle przeprowadzić ślepą próbę.

Sumaryczną zawartość alkoholi w przeliczeniu na terpineol (X) obliczyć ze wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 7,713}{m - 0,014 \cdot V_2}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania w ślepej próbie, cm³,

V_2 — objętość ściśle 0,5n roztworu kwasu solnego użytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,

m — odważka sformylowanego terpineolu, g,

7,713 — masa cząsteczkowa mrówczanu terpinolu podzielona przez 20,

0,014 — współczynnik przeliczeniowy mrówczanu na alkohol.

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

5.3.5. Oznaczanie gęstości

5.3.5.1. Wykonanie oznaczania. Gęstość terpineolu należy oznaczyć areometrem lub piknometrem wg PN-66/C-04004 w temperaturze 20°C (293 K).

5.3.5.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą wartością liczbową nie większą niż 0,0005.

5.3.6. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła oznaczyć refraktometrem Abbego w temperaturze 20°C (293 K).

Jeżeli oznaczanie przeprowadzone zostało w temperaturze wyższej lub niższej w granicach ±5°C, to wynik obliczyć wg wzoru

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

w którym:

n_D^t — współczynnik załamania światła w temperaturze pomiaru $t^\circ\text{C}$ (K),

t — temperatura pomiaru, °C (K).

5.3.7. Oznaczanie rozpuszczalności w alkoholu etylowym. Do próbki pojemności 25 cm³ odmierzyć pipetą 1 cm³ badanego terpineolu i miareczkować 70-, 60- lub 50-procentowym roztworem alkoholu etylowego, nieustannie mieszając zawartość próbki aż do całkowitego rozpuszczenia terpineolu. Oznaczanie należy wykonać w temperaturze 20°C (293 K).