

PRODUKTY CHEMICZNEJ PRZERÓBKI DREWNA	NORMA BRANŻOWA	BN-73
	Koncentrat pinenowy	6073-01
		Grupa katalogowa X 43 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest frakcja pinenowa w postaci koncentratów pinenowych, wyodrębniona z sosnowej terpentyny balsamicznej oraz ekstrakcyjnej w procesie rektyfikacji frakcji.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Poszczególne rodzaje i gatunki koncentratu pinenowego w zależności od własności (zwłaszcza zawartości procentowej pinenów) mają zastosowanie w przemyśle farmaceutycznym, chemicznym do produkcji środków ochrony roślin, farmaceutycznych, zapachowych, kosmetycznych i flotacyjnych.

1.3. Określenia. Koncentrat pinenowy stanowi destylat (rektyfikat) najlotniejszych składników sosnowej terpentyny balsamicznej i ekstrakcyjnej o charakterystycznym swoistym zapachu.

1.4. Normy związane

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

PN-69/C-04512 Produkty organiczne. Oznaczanie granic temperatur wrzenia

PN-68/C-04952 Analiza chemiczna. Oznaczanie współczynnika załamania światła produktów organicznych

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

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od sposobu i otrzymywania rozróżnia się 2 rodzaje koncentratów pinenowych:

B — balsamiczny otrzymywany w procesie rektyfikacji frakcyjnej terpentyny balsamicznej,

E — ekstrakcyjny otrzymywany w procesie rektyfikacji frakcyjnej z terpentyny ekstrakcyjnej.

2.2. Gatunki. W zależności od barwy, ilości lotnych składników, gęstości, refrakcji, skręcalności światła spolaryzowanego, pozostałości po polimeryzacji siarczanowej, w każdym rodzaju, rozróżnia się po 3 gatunki koncentratu pinenowego oznaczone cyframi rzymskimi I, II, III.

2.3. Przykład oznaczenia koncentratu pinenowego balsamicznego gatunku II:

KONCENTRAT PINENOWY B II BN-73/6073-01
SWW 1249-53

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Koncentrat pinenowy powinien być cieczą przezroczystą, nie zawierającą osadu, wydzielonej wody i zanieczyszczeń mechanicznych, o swoistym charakterystycznym zapachu.

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

¹⁾ Symbol wg SWW: 1249-53.

Zjednoczenie Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tartaczno i Wyrobów Drzewnych dnia 19 listopada 1973 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1974 r.
Dz. Norm. i Miar nr 4/1974 poz. 9)

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje i gatunki					
	B			E		
	I	II	III	I	II	III
a) Barwa wyrażona liczbą cm^3 wzorcowego roztworu dwu-chromianu potasowego wg 5.4.2, najwyżej	20	25	30	25	30	35
b) Gęstość d_4^{20}	0,855 0,861	0,855 0,861	0,855 0,861	0,885 0,861	0,855 0,862	0,855 0,862
c) Współczynnik załamania światła n_D^{20} , w granicach	1,465 1,470	1,465 1,471	1,465 1,472	1,465 1,470	1,465 1,471	1,465 1,472
d) Skręcalność światła spolaryzowanego d_D^{20} , co najmniej	28°	26°	23°	28°	26°	23°
e) Liczba kwasowa mg KOH/g, najwyżej	0,3	0,4	0,5	0,3	0,4	0,5
f) Destylacja normalna — początkowa temperatura wrzenia, °C, nie niższa niż	151	151	151	150	150	150
— od początku wrzenia do temperatury 155°C nie powinno przedestylować, % obj., więcej niż	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
— od początku wrzenia do temperatury 160°C powinno przedestylować, % obj., co najmniej	92	90	88	92	90	88
— do temperatury 165°C, % obj., co najmniej	98	96	94	98	96	94
g) Pozostałość po odparowaniu, % wag., najwyżej	0,15	0,20	0,25	0,15	0,20	0,25
h) Pozostałość po polimeryzacji siarczanowej, % obj., najwyżej	0,8	1,0	1,2	1,0	1,2	1,5
i) Współczynnik załamania światła pozostałości po polimeryzacji siarczanowej, co najmniej	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5

3.3. Trwałość. Koncentrat pinenowy opakowany i przechowywany w sposób podany w 4.1 i 4.2 powinien odpowiadać wymaganiom wg 3.1 i 3.2 w ciągu 3 miesięcy od daty wysłania z zakładu produkcyjnego.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Koncentrat pinenowy należy pakować do bębnow metalowych z dnami stałymi, z otworem do napełniania w pobocznicy lub dnie, lakierowanych lub ocynkowanych wewnątrz wg BN-69/5046-01 i BN-69/5046-03. Bębny metalowe powinny być czyste, mieć szczelne zamknięcia oraz zabezpieczenia uniemożliwiające otwarcie ich bez pozostawiania śladów.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252. Na każdym opakowaniu należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2.2,
- wagę brutto, tarę i netto,
- numer partii,
- datę produkcji.

4.2. Przechowywanie. Koncentrat pinenowy powinien być przechowywany w zamkniętych naczyniach nie narażonych na bezpośrednie nasłonecznienie lub ogrzanie.

4.3. Transport. Koncentrat pinenowy zapakowany wg 4.1 należy przewozić zgodnie z obowiązującymi przepisami transportu kolejowego i drogowego ¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie barwy (3.2a),

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

- c) oznaczanie gęstości (3.2b),
- d) oznaczanie współczynnika załamania światła (3.2c),
- e) oznaczanie skręcalności światła spolaryzowanego (3.2d),
- f) oznaczanie liczby kwasowej (3.2e),
- g) wykonanie destylacji normalnej (3.2f),
- h) oznaczanie pozostałości po odparowaniu (3.2g),
- i) oznaczanie pozostałości po polimeryzacji siarczanowej (3.2h),
- j) oznaczanie współczynnika załamania światła pozostałości po polimeryzacji siarczanowej (3.2i).

5.2. Wielkość i skład partii. Za partię uważa się produkt przygotowany do jednorazowej dostawy, niezależnie od liczby i rodzaju bębnow, w które jest zapakowany.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 160	10

Z wylosowanych opakowań jednostkowych po uprzednim wymieszaniu ich zawartości pobrać wg PN-67/C-04500 zgłębnikiem próbki pierwotne o wielkości pozwalającej na utworzenie próbki ogólnej o masie co najmniej 3 kg, średnią próbkę laboratoryjną o masie 2 kg przygotowaną wg PN-67/C-04500 podzielić na dwie w przybliżeniu równe części i umieścić każdą z nich w butelce z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem. Butelki należy szczelnie zakorkować i zabezpieczyć tak, aby była zagwarantowana identyczność próbek. Na butelkach należy umieścić nalepki z napisem zawierającym co najmniej nazwę zakładu produkcyjnego, oznaczenie wg 2.3, numer partii, wielkość partii oraz datę i miejsce pobrania próbek.

Jedna część średniej próbki laboratoryjnej przeznaczona jest do wykonania badań, a druga do analizy rozjemczej. Próbki do analizy rozjemczej należy przechowywać co najmniej w ciągu 1 mie-

siąca od daty wysłania partii produktu do odbiorcy.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie wymagań ogólnych. Do czystej i suchej zlewki z bezbarwnego szkła, o wysokości 110 mm i średnicy 60 mm wlać badany produkt w ilości 100 cm³ i zaobserwować, czy nie zawiera on osadu, zawiesiny lub kropel innego płynu oraz sprawdzić jego zapach.

5.4.2. Oznaczanie barwy

5.4.2.1. Przyrządy

a) Kolorymetr Hehnera składający się z dwóch cylindrów pojemności po 100 cm³ i statywu.

b) Dwie kolby pomiarowe pojemności 1000 cm³ każda.

5.4.2.2. Roztwór wzorcowy. Dwuchromian potasowy K₂Cr₂O₇ o stężeniu 0,0125 g w 1000 cm³ roztworu. 1,250 g wysuszonego do stałej masy dwuchromianu potasowego cz.d.a., odważonego z dokładnością do 0,0002 g, wsypać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, rozpuścić w wodzie destylowanej i następnie — po dopełnieniu wodą destylowaną do kreski — dobrze wymieszać.

Z tak przygotowanego roztworu odmierzyć pipetą 10 cm³ do drugiej kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dobrze wymieszać.

5.4.2.3. Wykonanie oznaczania. Do jednego cylindra kolorymetru nalać badany koncentrat pinenowy do kreski wskazującej 100 cm³, a do drugiego cylindra — 100 cm³ wzorcowego roztworu dwuchromianu potasowego. Patrząc z góry na oba słupy cieczy, zlewać stopniowo przez dolny kurek cylindra roztwór dwuchromianu potasowego do momentu, w którym barwa słupa roztworu dwuchromianu potasowego zrówna się z barwą słupa koncentratu pinenowego.

Odczytać objętość, w cm³, roztworu dwuchromianu potasowego pozostałego w cylindrze Hehnera.

5.4.2.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć wyrażoną w m³ objętość roztworu dwuchromianu potasowego pozostałego w cylindrze w momencie, gdy barwy obu słupów cieczy oglądane z góry będą jednakowe.

5.4.3. Oznaczanie gęstości należy wykonać za pomocą cechowanego areometru skalibrowanego z dokładnością do 0,001 g/cm³, piknometru lub wagi hydrostatycznej Westphala-Mohra.

Oznaczanie należy wykonać w temperaturze pokojowej ($15 \div 25^\circ\text{C}$) i wynik sprowadzić do temperatury 20°C wg wzoru

$$d_4^{20} = d_t + 0,00085 (t - 20) \quad (1)$$

w którym:

d_t — gęstość badanego koncentratu pinenowego w temperaturze pomiaru ($t^\circ\text{C}$),

t — temperatura, w której wykonano pomiar, $^\circ\text{C}$.

5.4.4. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Oznaczanie należy wykonać w refraktrometrze typu Abbego w temperaturze pokojowej ($15 \div 25^\circ\text{C}$) wg PN-68/C-04952 i wynik sprowadzić do temperatury 20°C wg wzoru

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,00045 (t - 20) \quad (2)$$

w którym:

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

t — temperatura, w której wykonano pomiar, $^\circ\text{C}$.

5.4.5. Oznaczanie skręcalności światła spolaryzowanego. Oznaczenie należy wykonać w polarymetrze kątowym Zeissa w temperaturze pokojowej.

5.4.6. Oznaczanie liczby kwasowej

5.4.6.1. Przyrządy

a) Mikrobiureta pojemności 5 cm^3 z podziałką elementarną $0,02 \text{ cm}^3$,

b) Kolba stożkowa pojemności $100 \div 150 \text{ cm}^3$.

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy 95—96-procentowy zobojętniony wobec fenoloftaleiny.

b) Wodorotlenek potasowy cz.d.a. — 0,1n roztwór alkoholowy.

c) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.4.6.3. Wykonanie oznaczania. Około 10 g badanego koncentratu pinenowego odważyć w kolbie stożkowej z dokładnością do $0,001 \text{ g}$, wlać do kolby 20 cm^3 alkoholu etylowego. Następnie dodać $3 \div 4$ krople fenoloftaleiny i miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do różowego zabarwienia, nie znikającego w ciągu 10 s .

Liczbę kwasową (LK) koncentratu pinenowego obliczyć w mg KOH/g wg wzoru

$$\text{LK} = \frac{5,61 \cdot V}{g} \quad (3)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego, cm^3 ,

g — odważka badanego koncentratu pinenowego, g ,

5,61 — ilość miligramów wodorotlenku potasowego zawarta w 1 cm^3 ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego.

5.4.7. Destylacja normalna

5.4.7.1. Aparatura — wg PN-69/C-04512 p. 2.2.1.

5.4.7.2. Przyrządy i materiały pomocnicze

a) Termometr w zakresie pomiarowym do 100°C z podziałką elementarną 100 do oznaczenia poprawki na temperaturę.

b) Barometr rtęciowy.

c) Siarczan sodowy bezwodny, sproszkowany.

5.4.7.3. Oznaczanie początkowej temperatury wrzenia. Osuszyć około 150 cm^3 badanego koncentratu pinenowego przez wytrząsanie z około 10 g sproszkowanego bezwodnego siarczanu sodowego, po czym pozostawić w spokoju na $0,5 \text{ godz}$. Następnie odmierzyć cylindrem pomiarowym 100 cm osuszonego koncentratu pinenowego i wlać do kolby destylacyjnej (A) oraz wrzucić do niej kilka kawałków niepolewanej porcelany. Kolbę zamknąć korkiem z umieszczonym w nim termometrem rtęciowym (B) w ten sposób, aby górna krawędź zbiornika rtęciowego znajdowała się na wysokości dolnej krawędzi rurki odprowadzającej kolby, którą należy połączyć z chłodnicą (D).

Pod przedłużacz chłodnicy (D) postawić cylinder pomiarowy (E) i luźno zatkać go watą.

Płomień palnika uregulować tak, aby pierwsza kropla destylatu spadła z odprowadzającej rurki kolby do chłodnicy nie wcześniej niż po 5 min i nie później niż po 10 min od rozpoczęcia ogrzewania. Za początkową temperaturę wrzenia należy uważać temperaturę w chwili, gdy pierwsza kropla destylatu spadnie z chłodnicy do cylindra pomiarowego. Wtedy należy zanotować: temperaturę wskazywaną przez termometr (B) umieszczony w szyjce kolby destylacyjnej, wysokość słupka rtęci termometru (B) wystającego ponad korek, wyrażoną w $^\circ\text{C}$ oraz temperaturę otaczającego powietrza wskazywaną przez termometr pomocniczy umieszczony tak, aby jego zbiornik z rtęcią znajdował się w połowie wysokości słupka rtęci termometru (B) wystającego przed korek. Początkową temperaturę wrzenia badanego koncentratu (tp), w $^\circ\text{C}$, obliczyć wg wzoru

$$tp = t_1 + 0,00016 \cdot h (t_1 - t_2) + t_3 \quad (4)$$

w którym:

t_1 — temperatura odczytana na termometrze (B) w chwili gdy spadnie pierwsza kropla destylatu z chłodnicy do cylindra, $^\circ\text{C}$,

t_2 — temperatura otaczającego powietrza odczytana na termometrze pomocniczym, $^\circ\text{C}$,

h — wysokość słupa rtęci wystającego poza korkiem termometru (B), wyrażona w °C,

0,00016 — współczynnik pozornej rozszerzalności rtęci w szkło,

t_3 — poprawka na ciśnienie barometryczne obliczana wg wzoru

$$t_3 = 0,057 [760 - (P_1 - P_2)] \quad (5)$$

w którym:

P_1 — ciśnienie barometryczne odczytane w czasie destylacji, mm Hg,

P_2 — poprawka do sprawdzenia ciśnienia barometrycznego P_1 wyrażonego w mm Hg w temperaturze otoczenia do 0°C wg PN-69/C-04512 tabl. 2,

0,057 — współczynnik do przeliczania ciśnienia na temperaturę,

760 — ciśnienie normalne, mm Hg.

5.4.7.4. Oznaczanie destylatu do temperatury 160°C i do temperatury 165°C. Temperaturę, do której oznacza się ilość destylatu obliczyć, uwzględniając poprawkę na ciśnienie barometryczne w sposób następujący:

— dla temperatury 160°C — $t_4 = 160 - t_3$,

— dla temperatury 165°C — $t_5 = 165 - t_3$,

przy czym:

t_3 — poprawka na ciśnienie barometryczne obliczone wg wzoru (5), °C.

Po spadnięciu pierwszej kropli destylatu z chłodnicy do odbieralnika, odbieralnik ustawić tak, aby destylat spływał po jego ścianie.

Od chwili rozpoczęcia wrzenia należy prowadzić destylację tak, aby na 1 min destylowano $4 \div 5 \text{ cm}^3$ koncentratu.

Odczytać ilość przedestylowanego koncentratu do wymaganych temperatur t_4 i t_5 .

Odczytane liczby są poszukiwaną ilością wyrażoną w procentach objętościowych.

5.4.7.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1 cm³.

5.4.8. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu

5.4.8.1. Przyrządy

a) Parownica niklowa lub porcelanowa pojemności $20 \div 30 \text{ cm}^3$.

b) Termometr o zakresie pomiarowym $0 \div 200^\circ\text{C}$ z podziałką elementarną 1°C .

c) Łaźnia piaskowa.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. Wyszuszoną w suszarce o temperaturze 105°C parownicę po ostudzeniu w eksykatorze zważyć z dokładnością do 0,0002 g i następnie zanurzyć w łaźni piaskowej prawie po brzegi. Łaźnię z parownicą umieścić nad palnikiem.

W odległości $2 \div 5 \text{ mm}$ od brzegu parownicy zanurzyć w piasku termometr tak, aby jego zbiornik rtęci znalazł się na równym poziomie z dnem parownicy, przy czym ogrzać łaźnię do temperatury $150 \div 155^\circ\text{C}$. Następnie do parownicy pozwoli wkropić z pipety 5 cm^3 badanego koncentratu pinenowego.

Po odsorbowaniu koncentratu, parownicę wraz z pozostałością przenieść na 15 min do suszarki ogrzanej do temperatury $145 \div 150^\circ\text{C}$. Wyjętą z suszarki parownicę ostudzić w eksykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g.

Pozostałość po odparowaniu (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{V \cdot d_4^{20}} \quad (6)$$

w którym:

m_1 — masa parownicy z pozostałością, g,

m_2 — masa parownicy bez pozostałości, g,

V — objętość koncentratu pinenowego użytego do oznaczania, cm³,

d_4^{20} — gęstość koncentratu pinenowego oznaczana wg 5.4.3.

5.4.8.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1%.

5.4.9. Oznaczanie pozostałości po polimeryzacji siarczanowej

5.4.9.1. Odczynniki

a) Kwas siarkowy 98,5-procentowy cz.d.a.

5.4.9.2. Przyrządy

a) Kolba pomiarowa z szyjką kalibrowaną z doszlifowanym korkiem szklanym, pojemności 50 cm^3 .

b) Pipeta jednomiarowa z jedną kreską, pojemności 5 cm^3 .

5.4.9.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej wlać 20 cm^3 kwasu siarkowego i oziębować w wodzie z lodem.

Po oziębieniu wlać kroplami z pipety 5 cm^3 badanego koncentratu pinenowego.

Zawartość kolby energicznie wymieszać przez wstrząsanie, studzić uważając, aby temperatura zawartości kolby nie przekroczyła 60°C . Gdy tem-

peratura podczas mieszania, po wkropleniu 5 cm³ koncentratu pinenowego, przestanie się podnosić, kolbę wstawić do zlewki z wodą ogrzaną do temperatury 60 ÷ 70°C na 10 min, skłócając energicznie ciecz w kolbie co 15 s.

Po ostudzeniu roztworu do temperatury 15 ÷ 25°C, dopełnić kolbę taką ilością kwasu siarkowego, aby niespolimeryzowany olej znalazł się w kalibrowanej części szyjki kolby.

Zawartość kolby wymieszać przez potrząsanie, następnie pozostawić w spokoju na 12 godz. Po upływie tego czasu odczytać objętość oddzielonej warstwy oleju i obliczyć procentową pozostałość po polimeryzacji siarczanowej (z) wg wzoru

$$z = 20 \left[\left(V_d + \frac{1}{3} (V_g - V_d) \right) \right] \quad (7)$$

w którym:

V_d — objętość oleju odczytana wg dolnego menisku,

V_g — objętość oleju odczytana wg górnego menisku.

5.4.9.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,2%.

5.4.10. Oznaczanie współczynnika załamania światła pozostałości po polimeryzacji, uzyskanej jak w 5.4.9.3 należy wykonać wg sposobu opisanego w 5.4.4.

5.5. Zaświadczenie o wynikach badań. Producent jest obowiązany przedstawić zaświadczenia stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-73/6073-01

Przepisy dotyczące transportu

a) Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z 1968 r. wydane przez Ministerstwo Komunikacji.

b) Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebez-

piecznych na drogach publicznych (Dz. U. nr 35 z 1971 r. poz. 301).

c) Obwieszczenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 1 września 1972 r. w sprawie zatwierdzenia szczegółowych przepisów bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych (Dziennik Taryf i Zarządzeń Komunikacyjnych nr 26 z 1972 r.).