

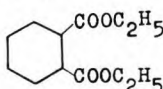
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Ftalan dwuetylu	6144-05
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest ftalan dwuetylu, otrzymywany przez estryfikację bezwodnika kwasu ftalowego alkoholem etylowym, stosowany w przemyśle perfumeryjnym i kosmetycznym. Ftalan dwuetylu ma:

a) wzór sumaryczny $C_{12}H_{14}O_4$

b) wzór budowy



c) ciężar cząsteczkowy 222,22

1.2. Oznaczenie

FTALAN DWUETYLU BN-64/6144-05

1.3. Normy związane

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-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

Wymagania	
a. Wygląd	ciecz przezroczysta, bezbarwna, bez zanieczyszczeń mechanicznych
b. Zapach	prawie bezwonny
c. Liczba kwasowa, najwyżej ¹⁾	1
d. Zawartość ftalanu dwuetylu, %, co najmniej	99
e. Gęstość d_{20}^{20}	1,116±1,121
f. Współczynnik załamania światła n_{20}^{20}	1,499±1,503
g. Rozpuszczalność w 4 objętościach 60-procentowego alkoholu etylowego	1 objętość

¹⁾ Badanie przeprowadza się tylko na żądanie odbiorcy.

3. OPAKOWANIE, ZNAKOWANIE, PRZECHOWYWANIEI TRANSPORT

3.1. Opakowanie. Ftalan dwuetylu należy dostarczać w suchych i czystych beczkach metalowych ocynkowanych pojemności 200 l, 100 l lub mniejszych. Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inne opakowania. Opakowanie musi być zaplombowane odpowiednim znakiem kontroli technicznej odcisniętym na plombie ołowianej lub aluminiowej.

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

- nazwę i adres wytwórni,
- oznaczenie wg 1.2,
- numer partii,
- znak kontroli technicznej,
- wagę brutto, netto i tarę,
- datę produkcji.

3.3. Przechowywanie i transport. Ftalan dwuetylu należy przechowywać w chłodnym pomieszczeniu. Transport może odbywać się wszelkimi środkami lokomocji.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Próbkę należy pobierać wg PN/C-04505 i PN/C-04507 zgłębnikiem nr 1 wg PN/C-60008. W zależności od liczności opakowań w partii należy wybrać losowo następujące liczby opakowań.

Liczba opakowań w partii	Liczba wybranych opakowań do pobrania próbek jednostkowych
sztuk	
5	z każdego opakowania
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14

Zjednoczenie Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków
 Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Środków Piorących i Kosmetyków dnia 19 września 1964 r.
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 7 października 1964 r.
 (Mon. Pol. nr 72/1964 poz. 340)

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

Na każdej butelce należy nakleić etykietę zawierającą nazwę wytwórni, nazwę produktu, numer partii i datę pobrania próbki. Jedną butelkę należy pozostawić w archiwum, a drugą przeznaczyć do analizy bieżącej.

4.2. Opis badań

4.2.1. Sprawdzanie wyglądu. 5 ÷ 10 ml badanego produktu należy umieścić w próbówce ze szkła bezbarwnego i sprawdzić jego wygląd w świetle przechodzącym.

4.2.2. Sprawdzanie zapachu. Koniec paska bibuły do sączenia o szerokości 0,5 ÷ 1 cm i długości 13 cm należy zwilżyć badanym ftalanem etylu i sprawdzić zapach organoleptycznie.

4.2.3. Oznaczanie liczby kwasowej

4.2.3.1. Odczynniki i roztwory

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

4.2.3.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml odważyć, z dokładnością do 0,01 g, około 5 g badanego ftalanu dwuetylu, dodać 25 ml alkoholu etylowego zobojętnionego wodorotlenkiem potasowym wobec fenoloftaleiny. Następnie miareczkować 0,1n alkoholowym roztworem wodorotlenku potasowego do pierwszego różowego zabarwienia nie znikającego w ciągu 30 sek.

Liczbę kwasową X_1 należy obliczyć wg wzoru

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

w którym:

- V - objętość 0,1n roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania próby, ml,
 G - odważka ftalanu dwuetylu, g,
 5,6 - ilość KOH w 1 ml 0,1n roztworu, mg.

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

4.2.4. Oznaczanie zawartości ftalanu dwuetylu

4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

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

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 200 ml odważyć, z dokładnością do 0,01 g, około 2 g badanego ftalanu dwuetylu, dodać 50 ml 0,5n alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać przez 1 godz na wrzącej łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną. Po ostygnięciu dodać 3 ÷ 4 kropli 1-procentowego alkoholu roztworu fenoloftaleiny i odmiareczkować nadmiar ługu 0,5n roztworem kwasu solnego. Równocześnie należy przeprowadzić ślepą próbę w tych samych warunkach, z samymi odczynnikami bez użycia substancji badanej.

Zawartość ftalanu dwuetylu X_2 należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{0,05555 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100}{G}$$

w którym:

- V_1 - objętość 0,5n kwasu solnego, użytego do miareczkowania ślepej próby, ml,
 V_2 - objętość 0,5n roztworu kwasu solnego, użytego do miareczkowania badanej próbki, ml,
 G - odważka ftalanu dwuetylu, g,
 0,05555 - ilość ftalanu dwuetylu odpowiadająca 1 ml KOH, g.

4.2.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 1%.

4.2.5. Oznaczanie gęstości. Gęstość ftalanu dwuetylu należy oznaczyć w temperaturze 20°C za pomocą piknometru lub wagi Mohra. W przypadku analiz rozjemczych należy wykonać oznaczanie gęstości za pomocą piknometru.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną przynajmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,0005.

4.2.6. Oznaczanie współczynnika załamania światła. Współczynnik załamania światła należy oznaczyć za pomocą refraktometru Abbego w temperaturze 20°C.

Jeżeli oznaczanie zostało wykonane w temperaturze wyższej lub niższej w granicach 20° ± 5°C, to wynik należy obliczyć wg wzoru

$$n_D^t = n_D^{20} + 0,00041(t - 20)$$

w którym:

- n_D^t - współczynnik załamania światła,
 t - temperatura pomiaru, °C.

4.2.7. Oznaczanie rozpuszczalności w 60-procentowym alkoholu etylowym. Do próbki pojemności 25 ml odmierzyć pipetą 1 ml ftalanu dwuetylu i miareczkować (stale mieszając zawartość próbki) 60-procentowym roztworem alkoholu etylowego (procenty objętościowe) aż do całkowitego rozpuszczenia dwuetylu. Odczytać na biurecie objętość alkoholu użytego do rozpuszczenia badanego ftalanu dwuetylu. Oznaczanie należy wykonać w temperaturze pokojowej.