

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		BN-76  6193-12
	Odczynniki Gliceryna		
			Zamiast BN-69/6193-12
			Grupa katalogowa X 52

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest gliceryna stosowana jako odczynnik chemiczny, otrzymana przez redestylację gliceryn destylowanych.

Gliceryna ma:

- a) wzór cząsteczkowy  $\text{CH}_2\text{OH}\cdot\text{CHOH}\cdot\text{CH}_2\text{OH}$ ,  
b) masę cząsteczkową 92,09.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki gliceryny: cz.d.a. — czysta do analizy, cz. — czysta.

**2.2. Przykład oznaczenia gliceryny gatunku cz.:**  
GLICERYNA cz. BN-76/6193-12

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Gliceryna powinna być cieczą bezbarwną, higroskopijną, syropowatą o słodkim smaku i swoistym zapachu, rozpuszczalną w każdym stosunku w wodzie i alkoholu, nierozpuszczalną w chloroformie i eterze dwuetylowym.

### 3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Gęstość $\rho_4^{20}$ nie mniej niż	1,2297	
b) Gliceryny, %, nie mniej niż	88,0	
c) Popiołu, %, najwyżej	0,005	0,01
d) Odczyn	obojętny	
e) Chlorków ( $\text{Cl}^-$ ), %, najwyżej	0,00025	0,001
f) Siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ ), %, najwyżej	0,001	0,005
g) Kwasu szczawiowego ( $\text{COOH}$ ) <sub>2</sub> , %, najwyżej	0,0008	0,002

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
h) Obecność soli amonowych ( $\text{NH}_4^+$ ) %, nie więcej niż <sup>1)</sup>	0,0005	0,001
i) Wapnia ( $\text{Ca}^{2+}$ ), %, najwyżej <sup>1)</sup>	0,0008	0,002
j) Metali ciężkich grupy siarkowodorowej ( $\text{Pb}^{2+}$ ), %, najwyżej <sup>1)</sup>	0,0002	0,0005
k) Żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ ), %, najwyżej <sup>1)</sup>	0,00008	0,0005
l) Arsenu ( $\text{As}^{3+}$ ), %, najwyżej <sup>1)</sup>	0,00004	0,0002
l) Substancje redukujące	wg 5.2.13	
m) Cukry, dekstryny <sup>1)</sup>	wg 5.2.14	
n) Estrów w przeliczeniu na trójmaślan glicerylu, %, najwyżej	0,08	0,01
o) Kwasy tłuszczowe i żywiczne	wg 5.2.16	

<sup>1)</sup> Oznacza się tylko na żądanie odbiorcy.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Glicerynę należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki lub butelki ze szkła bezbarwnego lub oranżowego.

Masa opakowań netto powinna wynosić: 125, 250, 500, 1000 i 2000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowań, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpieczą one produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowań i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

## 5. BADANIA

**5.1. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej** należy wykonać zgodnie z PN-70/C-80047.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 780 g.

Zgłoszona przez Zakłady Chemii Gospodarczej POLLENA-STREM  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA  
dnia 30 listopada 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1977 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1977 poz. 4)

## 5.2. Opis badań

**5.2.1. Oznaczanie gęstości względnej** należy wykonać wg PN-66/C-04004 pkt. 2.3.

Oznaczanie należy wykonać za pomocą piknometru w temperaturze 20°C, przy czym przed każdym oznaczeniem przyrząd wyczyścić, stosując kolejno: mieszaninę chromową, wodę destylowaną, alkohol etylowy, a następnie suszyć w strumieniu ciepłego powietrza.

Dopuszcza się również oznaczanie gęstości za pomocą wagi hydrostatycznej, jednak oznaczanie rozjemcze należy wykonać tylko metodą piknometryczną.

**5.2.2. Oznaczenie zawartości gliceryny.** Zawartość gliceryny w badanym produkcie, podaną w procentach, odczytuje się z tablicy na podstawie gęstości oznaczonej wg 5.2.1.

Gęstość $\rho_4^{20}$	Zawartość gliceryny %	Gęstość $\rho_4^{20}$	Zawartość gliceryny %
1,2350	90,0	1,2283	87,5
1,2347	89,9	1,2281	87,4
1,2345	89,8	1,2278	87,3
1,2342	89,7	1,2275	87,2
1,2340	89,6	1,2273	87,1
1,2337	89,5	1,2270	87,0
1,2335	89,4	1,2267	86,9
1,2332	89,3	1,2264	86,8
1,2329	89,2	1,2262	86,7
1,2326	89,1	1,2259	86,6
1,2324	89,0	1,2256	86,5
1,2321	88,9	1,2254	86,4
1,2318	88,8	1,2251	86,3
1,2315	88,7	1,2249	86,2
1,2313	88,6	1,2246	86,1
1,2311	88,5	1,2244	86,0
1,2308	88,4	1,2241	85,9
1,2305	88,3	1,2240	85,8
1,2302	88,2	1,2238	85,7
1,2299	88,1	1,2235	85,6
1,2297	88,0	1,2232	85,5
1,2294	87,9	1,2230	85,4
1,2291	87,8	1,2227	85,3
1,2288	87,7	1,2224	85,2
1,2285	87,6	1,2221	85,1

**5.2.3. Oznaczanie popiołu.** 20,00 g badanej gliceryny umieścić w wyprażonym i zważonym tyglu platynowym lub porcelanowym i ogrzewać do momentu, gdy zaczną się wydzielać pary gliceryny.

Zapalić glicerynę i pozwolić spalić się łagodnym płomieniem do ciemnej pozostałości.

Następnie spopielić pozostałość w temperaturze czerwonego żaru (około 550°C). Zawartość popiołu ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

w którym:

- $m_1$  — masa popiołu,
- $m$  — odważka gliceryny, g.

## 5.2.4. Oznaczanie odczynu

### 5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholowy.

b) Kwas solny lub siarkowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

c) Wodorotlenek sodowy lub potasowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

**5.2.4.2. Wykonanie oznaczania.** W kolbie stożkowej lub innej pojemności 100÷150 cm<sup>3</sup> rozpuścić 2,50 g badanej gliceryny w 10 cm<sup>3</sup> świeżo przygotowanej wg PN-68/C-06500 wodzie destylowanej wolnej od dwutlenku węgla i dodać 1 kroplę fenoloftaleiny.

Roztwór powinien pozostać bezbarwny. Po dodaniu 0,05 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku powinien się zabarwić na kolor różowy, który powinien natychmiast zniknąć po dodaniu 0,05 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu.

**5.2.5. Oznaczanie zawartości chlorków.** 6,00 g badanej gliceryny umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 40 cm<sup>3</sup> wody, dokładnie wymieszać i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposobem A.

Do roztworów porównawczych przygotowanych równocześnie dodać:

- dla gliceryny cz.d.a. — 0,015 mg Cl<sup>-</sup>,
- dla gliceryny cz. — 0,06 mg Cl<sup>-</sup>.

**5.2.6. Oznaczanie zawartości siarczanów.** W kolbie szklanej pojemności 100÷150 cm<sup>3</sup> odważyć 5,00 g badanej gliceryny, rozcieńczyć 15 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 sposobem A.

Do roztworów porównawczych przygotowanych równocześnie dodać:

- dla gliceryny cz.d.a. — 0,05 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,
- dla gliceryny cz. — 0,25 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

**5.2.7. Oznaczanie zawartości kwasu szczawio-**

### 5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy rektyfikowany.
- b) Chlorek wapniowy uwodniony cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- c) Kwas octowy cz.d.a. (1,040÷1,042).

d) Roztwór wzorcowy kwasu szczawioowego przygotowany wg PN-68/C-06500 3.2.2.7 i rozcieńczony w stosunku 1+9. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,1 mg C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

**5.2.7.2. Wykonanie oznaczania.** Do 10,2 cm<sup>3</sup> (12,5 g) badanej gliceryny dodać 10 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego, 0,3 cm<sup>3</sup> kwasu octowego i 5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku wapniowego, roztwór ogrzać do wrzenia, następnie szybko oziębić do tempera-

tury 10°C i odstawić na 48 h w temperaturze pokojowej.

Badana gliceryna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wytrącony po 48 h osad w roztworze badanym nie będzie większy niż osad w roztworze porównawczym przygotowanym równocześnie z roztworem wzorcowym, zawierającym te same ilości odczynników oraz:

dla gliceryny cz.d.a. — 0,1 mg  $C_2H_2O_4$ ,

dla gliceryny cz. — 0,25 mg  $C_2H_2O_4$ .

Intensywność zmętnienia roztworu badanego i porównawczego obserwować na matowym czarnym tle patrząc z boku.

**5.2.8. Oznaczanie zawartości soli amonowych ( $NH_4^+$ )** należy wykonać wg PN-68/C-04525 stosując odważkę 2,00 g.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg  $NH_4^+$ ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg  $NH_4^+$ .

### 5.2.9. Oznaczanie zawartości wapnia

#### 5.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy rektyfikowany.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony  $Ca^{2+}$  przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1+99. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $Ca^{2+}$ .

c) Szczawian amonowy cz.d.a. — roztwór nasycony.

**5.2.9.2. Wykonanie oznaczania.** Do 5,00 g badanej gliceryny dodać 6 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 2,5 cm<sup>3</sup> roztworu szczawianu amonowego.

Roztwór ogrzać do wrzenia, szybko oziębic do temperatury 10°C, dodać 10 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego i odstawić na 1 h w temperaturze pokojowej.

Badana gliceryna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po upływie 1 h powstały osad w badanym roztworze nie będzie większy od osadu powstałego w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie z roztworem wzorcowym, zawierającym te same ilości odczynników, dolewanych w tej samej kolejności z dodatkiem roztworu wzorcowego:

dla gliceryny cz.d.a. — 0,04 mg  $Ca^{2+}$ ,

dla gliceryny cz. — 0,1 mg  $Ca^{2+}$ .

**5.2.10. Oznaczanie zawartości metali ciężkich, grupy siarkowodorowej ( $Pb^{2+}$ ).** 10,00 g badanej gliceryny odważonej z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515.

Do roztworów porównawczych dodać:

dla gliceryny cz.d.a. — 0,02 mg  $Pb^{2+}$ ,

dla gliceryny cz. — 0,05 mg  $Pb^{2+}$ .

### 5.2.11. Oznaczanie zawartości żelaza ( $Fe^{3+}$ )

#### 5.2.11.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4) i (1,15).

b) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 2 N.

c) Roztwór wzorcowy żelaza ( $Fe^{3+}$ ) wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1+99. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg  $Fe^{3+}$ .

**5.2.11.2. Wykonanie oznaczania.** 12,50 g badanej gliceryny umieścić w porcelanowej parownicy i ogrzać do zwęglania, następnie wyprażyć w płomieniu palnika. Po ochłodzeniu dodać do pozostałości 2 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,4) i odparować do sucha.

Pozostałość rozpuścić w 1 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,15), dodać 19 cm<sup>3</sup> wody i 2 cm<sup>3</sup> roztworu rodanku amonowego.

Badana gliceryna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla gliceryny cz.d.a. — 0,01 mg  $Fe^{3+}$ ,

dla gliceryny cz. — 0,06 mg  $Fe^{3+}$ .

Porównanie zabarwienia przeprowadzić w kolorymetrze optycznym.

Roztwór obserwować z góry, trzymając cylindry na białym tle.

**5.2.12. Oznaczanie zawartości arsenu** należy wykonać wg PN-75/C-04511 p. 2.7, biorąc do oznaczania 12,50 g gliceryny.

Do roztworów porównawczych dodać roztworu wzorcowego arsenu:

dla gliceryny cz.d.a. — 0,005 mg  $As^{3+}$ ,

dla gliceryny cz. — 0,025 mg  $As^+$ .

### 5.2.13. Wykrywanie obecności substancji redukujących

#### 5.2.13.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1 N.

**5.2.13.2. Wykonanie oznaczania.** Do 2 cm<sup>3</sup> badanej gliceryny dodać 3 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, a następnie 2 cm<sup>3</sup> roztworu amoniaku, wymieszać i ogrzać na łaźni wodnej do temperatury 60°C. Następnie szybko wkropić mikropipetą 0,2 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu srebra uważając, aby odczynnik spadł wprost do roztworu bez dotykania ścianek, zmieszać i trzymać w ciemności przez 5 min.

Badana gliceryna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli roztwór przed upływem 5 min nie ściemnieje.

### 5.2.14. Wykrywanie obecności cukrów i dekstryn

#### 5.2.14.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina, 1-procentowy roztwór alkoholu.

b) Kwas solny cz. (1,18).

c) Odczynnik Fehlinga.

**Roztwór I.** 60 g wodorotlenku potasowego cz. i 173 g soli Seignette'a (winian sodowo-potasowy) rozpuścić w 600 cm<sup>3</sup> wody destylowanej.

**Roztwór II.** 34,6 g krystalicznego siarczanu miedziowego cz. rozpuścić w 500 cm<sup>3</sup> wody destylowanej.

Przed użyciem roztwór II i I zmieszać w równych objętościach.

d) Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 2 N.

**5.2.14.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g gliceryny rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody destylowanej w kolbie stożkowej pojemności 200 cm<sup>3</sup>, dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ogrzewać przez 20 min pod chłodnicą zwrotną we wrzącej łaźni wodnej.

Po ochłodzeniu zawartość kolby zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec roztworu fenoloftaleiny.

Do 10 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu gliceryny dodać w małej zlewce 10 cm<sup>3</sup> odczynnika Fehlinga i ogrzać do wrzenia.

Badana gliceryna odpowiada wymaganiom, jeżeli w analizowanej próbce po ogrzaniu nie wytrąci się czerwony osad.

### 5.2.15. Oznaczanie zawartości estrów kwasów tłuszczowych

#### 5.2.15.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina — wskaźnik, 0,1 — procentowy roztwór alkoholowy.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1 N.

c) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

**5.2.15.2. Wykonanie oznaczania.** 50,00 g badanej gliceryny rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku potasowego i ogrzewać przez 15 min na łaźni wodnej.

Po ostygnięciu roztworu dodać kilka kropel roztworu fenoloftaleiny i miareczkować roztworem kwasu solnego do zobojętnienia.

Zawartość estrów w przeliczeniu na trójmaślan glicerylu (X<sub>2</sub>) należy obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,01007 \cdot 100}{m}$$

w którym:

V<sub>1</sub> — objętość ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku potasowego odmierzonego do próbki, cm<sup>3</sup>,

V<sub>2</sub> — objętość 0,1 N roztworu kwasu solnego zużytego do zmiareczkowania wodorotlenku potasowego, cm<sup>3</sup>,

m — odważka gliceryny, g,

0,01007 — ilość trójmaślanu glicerylu odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,1 N roztworu wodorotlenku potasowego.

**5.2.16. Badanie na nieobecność kwasów tłuszczowych i żywicznych.** Do dokładnie przemytej zlewki pojemności 250 cm<sup>3</sup> wlać 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej i 5 cm<sup>3</sup> badanej gliceryny.

Zawartość zlewki dokładnie wymieszać i po 10 min wrzucić kilka kryształków kamfory.

Gliceryna nie zawiera kwasów żywicznych i tłuszczowych, ponieważ kryształki kamfory nie zlepiają się i ulegają gwałtownym ruchom.

KONIEC

### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Chemii Gospodarczej POLLENA-STREM, Dąbrowa Górnicza.

#### 2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6193-12

a) wprowadzono oznaczanie gęstości gliceryny wg PN-66/C-04004,

b) zmieniono metody oznaczania zawartości soli amonowych i arsenu,

c) zaktualizowano normy związane.

#### 3. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strąconych siarkowodorem

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych, oraz roztworów do kolorimetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Autorzy projektu normy — inż. Lucjan Grzanka i mgr Ewa Równicka-Rycyk — Zakłady Chemii Gospodarczej POLLENA-STREM w Dąbrowie Górniczej.