

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-63
	Produkty organiczne Sorbit	6026-01
		Grupa katalogowa X 21

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest sorbit - roztwór otrzymywany przez redukcję wodnego roztworu glikozy w obecności katalizatorów. Sorbit ma:

- wzór sumaryczny $C_6H_{14}O_6$
- wzór budowy $CH_2OH-CHOH-CHOH-CHOH-CHOH-CH_2OH$
- ciężar cząsteczkowy - 182,17 (1956 r.),
- inne nazwy - sorbitol, d-glucitol.

1.2. Zastosowanie. Sorbit stosuje się do produkcji preparatów farmaceutycznych, w przemyśle spożywczym, kosmetycznym, tytoniowym.

1.3. Oznaczenie

SORBIT BN-63/6026-01

1.4. 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-54/C-04518 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości chlorków w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN-54/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN-54/C-04521 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości żelaza w produktach chemicznych metodą kolorymetryczną
- PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

2. WYMAGANIA TECHNICZNE

2.1. Wymagania ogólne. Sorbit powinien być cieczą bezbarwną lub najwyżej lekko-słomkową, klarowną, wolną od zanieczyszczeń mechanicznych.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
dnia 3 maja 1963 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 16 sierpnia 1963 r.
(Mon. Pol. nr 62/1963 poz. 316)

2.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	
Sorbitu, %	68 ± 72
pH	5,8 ± 7,0
Żelaza, %, najwyżej	0,0003
Niklu	nie zawiera
Chlorków, %, najwyżej	0,001
Siarczanów	nie zawiera
Glikozy, %, najwyżej	0,4
Metali ciężkich	nie zawiera
Popiołu ¹⁾ , %, najwyżej	0,05

¹⁾ Oznacza się na życzenie odbiorcy.

3. OPAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Sorbit należy pakować do czystych i suchych beczek blaszanych, wewnątrz lakierowanych, beczek aluminiowych albo cystern.

Na opakowaniu należy podać co najmniej: nazwę lub znak wytwórni, oznaczenie wg 1.3, wagę brutto i netto, numer partii i datę produkcji.

Sorbit należy przechowywać w suchych i chłodnych magazynach w zamkniętym opakowaniu.

Transport sorbitu powinien odbywać się krytymi środkami lokomocji.

4. BADANIA TECHNICZNE

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać wg PN/C-04507. Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny lub najwyżej 250 beczek. Przy większych dostawach w beczkach należy je podzielić na kilka partii.

Próbki z cystern należy pobierać czystą, suchą butelką pojemności 1 l, umieszczoną w koszu z blachy kwasoodpornej.

Przy dostawach w beczkach, w zależności od liczby opakowań w partii, do pobierania próbek należy wybrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych podaną w tabelicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, jaką należy wybrać do pobierania próbek
1 ± 5	wszystkie
6 ± 15	5
16 ± 25	7
26 ± 63	8
64 ± 160	9
161 ± 250	10

Próbki z beczek należy pobierać zgłębnikiem szklanym wg PN/C-60008.

Średnią próbkę laboratoryjną objętości 500 ml należy przygotować wg PN/C-04505. Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać w zamkniętym słoiku przez 6 tygodni od daty wysłania badanej partii sorbitu.

4.2. Opis badań4.2.1. Oznaczanie zawartości sorbitu4.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas nadjodowy 0,05n cz.d.a., roztwór przygotowany wg 4.2.1.2 a).
- Kwas arsenawy 0,1n cz.d.a., roztwór przygotowany wg 4.2.1.2 b).
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 1n.
- Kwaśny węgiel sodowy cz.
- Jodek potasowy, roztwór 10-procentowy.

4.2.1.2. Przygotowanie roztworów

a) Kwas nadjodowy. Odważyć 5 g metanadjodanu sodowego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 140 ml in roztworu kwasu siarkowego i dopełnić do 1 l w kolbie pomiarowej wodą destylowaną.

b) Kwas arsenawy, roztwór 0,1n. Rozpuścić 4,95 g bezwodnika arsenowego As_2O_3 cz.d.a. odważonego z dokładnością do 0,0002 g, w jak najmniejszej ilości in roztworu wodorotlenku sodowego. Zbojętnić kwasem siarkowym w obecności fenoloftaleiny do lekko różowego zabarwienia. Dodać 20 g kwaśnego węglanu sodowego i uzupełnić w kolbie pomiarowej do 1 l wodą destylowaną.

4.2.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml 0,2 ÷ 0,3 g badanego sorbitu z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do kreski.

Odmierzyć 10 ml tak przygotowanego roztworu do kolby stożkowej pojemności 250 ml. Dodać 2 ml kwasu siarkowego i 25 ml kwasu nadjodowego odmierzonego z biurety. Zamknąć kolbę stożkową korkiem i pozostawić na 15 min. Następnie dodać 20 ml 0,1n wodorotlenku sodowego i 3 g kwaśnego węglanu sodowego, wstrząsnąć kolbę do rozpuszczenia, odczekać 3 min, wlać 10 ml 10-procentowego roztworu jodku potasowego i natychmiast miareczkować kwasem arsenawym wobec skrobi jako wskaźnika.

Równocześnie wykonać ślepią próbę odmierzając zamiast badanego roztworu sorbitu 20 ml wody destylowanej.

Procentową zawartość sorbitu (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,001822 \cdot 10 \cdot 100}{G} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 1,822}{G}$$

w którym:

V_1 - objętość 0,1n roztworu kwasu arsenawego zużytego do miareczkowania próbki badanej, ml,

V_2 - objętość 0,1n roztworu kwasu arsenawego zużytego do miareczkowania ślepej próby, ml,

G - odważka badanego sorbitu, g,

0,001822 - ilość sorbitu odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu kwasu arsenawego, g.

4.2.1.4. Wynik. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczenia. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń zgodnych w granicach 1%.

4.2.2. Oznaczanie pH. 20 ml badanego produktu odmierzyć do kolby pomiarowej pojemności 100 ml. Następnie dopełnić wodą do kreski, wymieszać i z tak przygotowanej próbki oznaczyć wartość pH przy pomocy pehametru wg instrukcji dla danego przyrządu. Roztwór sorbitu do pomiaru pH należy przyrządzić na wodzie podwójnie destylowanej, której pH powinno wynosić od 6,2 do 7.

Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń zgodnych w granicach 0,2.

4.2.3. Oznaczanie zawartości żelaza wykonać PN-54/C-04521 sposobem A, odważając do oznaczania 20 ÷ 50 g badanego sorbitu z dokładnością do 0,0002 g.

4.2.4. Oznaczanie zawartości nikielu4.2.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

b) Kwas winowy cz.d.a., roztwór 50-procentowy.

c) Dwumetylogliksym, roztwór 1-procentowy w 85-procentowym alkoholu etylowym.

4.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 10 ml badanego roztworu wlać do próbki, dodać 3 ÷ 5 kropli kwasu winowego, zamieszać i odczekać 1 min. Następnie dodać kilka kropli wody amoniakalnej, zamieszać, sprawdzić, czy z próbki wydziela się wyraźny zapach amoniaku i dodać 2 ml roztworu dwumetylogliksymu. Próbkę wymieszać i ogrzać do wrzenia. Pozostawić próbkę na okres $\frac{1}{2}$ godz. Po tym czasie nie powinno pojawiać się różowe zabarwienie.

4.2.5. Oznaczenie zawartości chlorków wykonać wg PN-54/C-04518 sposobem A, odważając do oznaczania 10 g badanego sorbitu z dokładnością do 0,001 g. Do roztworu porównawczego dodać 10 ml roztworu wzorcowego.

4.2.6. Oznaczenie zawartości siarczków wykonać wg PN-54/C-04519 sposobem A, odmiareczkując do oznaczania 2 ml badanego sorbitu.

4.2.7. Oznaczenie zawartości glikozy

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Roztwór Luffa-Schoorla, przygotowany wg 4.2.7.2.
- b) Jodek potasowy cz.d.a.
- c) Kwas siarkowy cz., roztwór 25-procentowy.
- d) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- e) Skrobia cz.d.a., roztwór 2-procentowy.

4.2.7.2. Przygotowanie roztworu Luffa-Schoorla. 25 g siarczanu miedziowego ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) cz.d.a. rozpuścić w 100 ml wody. Następnie rozpuścić 50 g kwasu cytrynowego cz.d.a. w niewielkiej ilości wody i 388 g krystalicznego węglanu sodowego ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) cz.d.a. w 300 ÷ 400 ml ciepłej wody. Roztwór kwasu cytrynowego dodać do roztworu sody, wprowadzić roztwór siarczanu miedziowego i dopełnić do 1 l wodą destylowaną w kolbie pomiarowej. Trwałość roztworu jest nieograniczona.

4.2.7.3. Wykonanie oznaczania. 10 ml roztworu Luffa-Schoorla odmierzyć pipetą do kolby stożkowej lub kulistej pojemności 300 ml, dodać 2 ÷ 10 g sorbitu zależnie od zawartości glikozy, odważonego z dokładnością do 0,002 g, i rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 50 ml.

Do kolby wrzucić kilka kawałków porcelany i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną niewielkim płomieniem do wrzenia. Wrzenie cieczy należy utrzymywać w ciągu 10 min. Potem niezwłocznie oziębć ciecz i po upływie 5 min miareczkować w następujący sposób: dodać 3 g jodku potasowego i ostrożnie 25 ml 25-procentowego kwasu siarkowego i miareczkować 0,1n tiosiarczanem sodowym. Pod koniec miareczkowania dodać niewielką ilość 2-procentowego roztworu skrobi i miareczkować do odbarwienia.

Przed wykonaniem oznaczania należy wykonać ślepa próbę bez odważki sorbitu.

Za wynik należy przyjąć różnicę pomiędzy liczbą mililitrów tiosiarczanu zużytego na ślepa próbę a liczbę mililitrów zużytych na próbkę badaną.

Należy wykonać co najmniej dwie ślepe próby i dwa oznaczenia próbki badanej. Różnica objętości zużytego tiosiarczanu pomiędzy poszczególnymi próbkami nie powinna przekraczać 0,1 ml.

Procentową zawartość glikozy (X_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{G_1}{G_2 \cdot 10}$$

w którym:

G_1 - masa glikozy, którą należy odczytać z tablicy, mg,

G_2 - odważka sorbitu, g.

Objętość zużytego 0,1n tiosiarczamu ml	Różnica pomiędzy objętością tiosiarczamu zużytego na ślepa próbę a objętością zużytą na próbkę badaną ml	Masa glikozy odpowiadająca różnicy wyrażonej w mililitrach mg
1	2,4	2,4
2	2,4	4,8
3	2,5	7,2
4	2,5	9,7
5	2,5	12,2
6	2,5	14,7
7	2,6	17,2
8	2,6	19,8
9	2,6	22,4
10	2,6	25,0
11	2,7	27,6
12	2,7	30,3
13	2,7	33,0
14	2,8	35,7
15	2,8	38,5

4.2.8. Oznaczanie zawartości metali ciężkich

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny, roztwór 10-procentowy.

b) Siarczek sodowy oz.d.a., roztwór przygotowany wg 4.2.8.2.

4.2.8.2. Przygotowanie roztworu siarczku sodowego. Rozpuścić 6 g $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ w 12 ml świeżo przegotowanej i ostudzonej wody destylowanej, dodać 35 ml gliceryny. Roztwór pozostawić w zamkniętym naczyniu przez kilka dni, w razie wydzielenia się śladów siarczku żelazowego należy go przesączyć przez mały zwitek waty zwilżonej wodą. 10 ml wody zakwaszonej 0,2 ml rozcieńczonego kwasu solnego, po dodaniu 2 kropli roztworu siarczku sodowego i zmieszaniu, powinno przez 1 min pozostać bezbarwne i przezroczyste, a w ciągu następnych 5 min może wystąpić najwyżej słaba, biaława lub niebieskawa opalizacja.

Roztwór siarczku sodowego należy przechowywać w szczelnie zamkniętym naczyniu.

4.2.8.3. Wykonanie oznaczania. 10 ml badanego sorbitu umieścić w cylindrze Nesslera pojemności 50 ml. Dodać 25 ml wody destylowanej, wymieszać i dodać 0,5 ml 10-procentowego kwasu solnego, 2 krople roztworu siarczku sodowego i dokładnie wymieszać.

Dowodem nieobecności metali ciężkich jest zupełny brak zabarwienia próbki w ciągu 2 min, a najwyżej wystąpienie białawej lub niebieskawej opalizacji, nie wyraźniejszej jednak niż w 50 ml wody destylowanej z taką samą ilością odczynników.

4.2.9. Oznaczanie zawartości popiołu. W wyprażonej do stałej masy parownicy lub w tyglu odważyć około 50 g badanego sorbitu z dokładnością do 0,001 g. Spalać ostrożnie, początkowo nad palnikiem gazowym, aż do uzyskania białego osadu popiołu, a następnie prażyć w piecu w temperaturze 800°C do stałej masy.

Procentową zawartość popiołu (X_3) obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{G_1 \cdot 100}{G_2}$$

w którym:

G_1 - masa popiołu, g,

G_2 - odważka badanej próbki, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń zgodnych w granicach 0,001 g.