

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		BN-76
	Gliceryna surowa		6026-02
			Zamiast BN-63/6026-02

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest gliceryna surowa otrzymana przez zateżenie wód glicerynowych uzyskiwanych w procesie rozszczepiania lub zmydlania tłuszczów.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Gliceryna surowa saponifikacyjna i ługowa służy do otrzymywania gliceryn destylowanych.

1.3. Określenia

a) Gliceryna surowa saponifikacyjna jest to produkt otrzymany z wód glicerynowych, uzyskiwanych z hydrolizy tłuszczów metodą ciśnieniową.

b) Gliceryna surowa ługowa jest to produkt otrzymany z wód glicerynowych, uzyskiwanych przy zmydłaniu tłuszczów.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od sposobu otrzymywania rozróżnia się dwa rodzaje gliceryny surowej: ługowa, oznaczona — Ł, saponifikacyjna, oznaczona — S.

2.2. Przykład oznaczenia gliceryny surowej ługowej:

GLICERYNA SUROWA Ł BN-76/6026-02
SWW 1321-213

3. WYMAGANIA

Wymagania — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Rodzaje	
	Ł	S
a) Barwa	jasnożółta do ciemno-brunatnej	
b) Zapach	swoisty	
c) Rozpuszczalność	w wodzie rozpuszcza się w każdym stosunku nie wywołując zmeżenia	
d) Alkaliczność wyrażona w Na ₂ O, nie więcej niż	0,2	
e) Gliceryny, %, nie mniej niż	79	88
f) Popiołu, %, nie więcej niż	10,5	2,0
g) Substancji nielotnych, %, nie więcej niż	3,0	1,5

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Glicerynę surową należy dostarczyć w cysternach kolejowych i autocysternach ze stali nierdzewnej lub aluminiowych albo w bębnach z blachy stalowej rodzaju I odmiany S, wg BN-87/5046-03.

Dopuszcza się stosowanie innego rodzaju opakowania uzgodnionego pomiędzy odbiorcą i producentem pod warunkiem, że zabezpiecza ono jakość produktu co najmniej w równym stopniu jak wymienione i jest zgodne z szeregiem wymiarowym wg PN-78/O-79021.

Znakowanie należy wykonać wg PN-85/O-79252 umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę i adres wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- datę produkcji,
- masę netto i brutto.

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.

W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 × 1200 mm. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniami i deformacją.

4.3. Transport. Glicerynę przewozi się w cysternach kolejowych lub autocysternach. Glicerynę pakowaną w bębny można przewozić dowolnymi środkami lokomocji. Ułożenie i zabezpieczenie ładunku należy wykonać zgodnie z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań:

- sprawdzanie barwy (3a),
- sprawdzanie zapachu (3b),
- sprawdzanie rozpuszczalności (3c),

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Chemii Gospodarczej POLLENA dnia 20 maja 1976 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1977 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 16/1976 poz. 56)

- d) sprawdzanie alkaliczności wyrażonej w Na₂O (3d),
- e) sprawdzanie zawartości gliceryny (3e),
- f) sprawdzanie zawartości popiołu (3f),
- g) sprawdzanie zawartości substancji nielotnych (3g).

5.2. Wielkość partii. Za partię gliceryny surowej należy uważać najwyżej 40 000 kg produktu tego samego rodzaju z jednego rodzaju opakowania, bądź zawartość jednej cysterny.

5.3. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500. Próbki należy pobierać z każdej cysterny, a w przypadku partii gliceryny w innym opakowaniu należy wylosować na ślepo do pobrania próbek opakowania w liczbie podanej w tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań wylosowanych
do 4	wszystkie
5 ÷ 15	4
16 ÷ 63	5
powyżej 63	6

Próbki pierwotne z cystern i bębnow należy pobierać z całej wysokości słupa cieczy próbnikiem nr 1 lub 2 wg PN-74/C-60008.

Liczba pobieranych próbek pierwotnych z jednego opakowania oraz z cysterny powinna być taka, aby ich ogólna masa nie była mniejsza niż 2 kg. Pobrane próbki pierwotne umieścić w czystym i suchym naczyniu i dokładnie wymieszać. Z tak otrzymanej próbki ogólnej wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie nie mniejszej niż 0,5 kg, podzielić ją na dwie części i umieścić w dwóch szklanych naczyniach szczelnie zamykanych doszlifowanym korkiem. Jedną część średniej próbki laboratoryjnej należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać przez okres co najmniej 3 miesięcy do analizy rozjemczej lub kontrolnej.

Jeżeli gliceryna w cysternie lub w innych opakowaniach znajduje się w stanie stałym, to przed pobraniem próbek należy ją podgrzać do stanu ciekłego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczenie barwy. Do próbki ze szkła bezbarwnego o średnicy 10 mm i wysokości 150 mm wlać badaną próbkę gliceryny. Zawartość próbki obserwować w świetle przechodzącym, w temperaturze pokojowej. Gliceryna powinna mieć barwę od jasnożółtej do ciemnobrunatnej.

5.4.2. Sprawdzanie zapachu. Kroplę badanej gliceryny rozetrzeć na rękę. Gliceryna powinna mieć swoisty zapach.

5.4.3. Sprawdzanie rozpuszczalności. Badaną próbkę gliceryny zmieszać z wodą w dowolnym stosunku. Roztwór powinien być klarowny.

5.4.4. Oznaczanie alkaliczności

5.4.4.1. Roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. — 0,1 N roztwór.
- b) Fenoloftaleina — 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczenia. 10 g badanej gliceryny rozpuścić w 50 cm³ świeżo przegotowanej wody. Sprawdzić odczyn za pomocą niebieskiego papierka lakmusowego. Roztwór nie powinien barwić papierka na kolor czerwony.

Następnie próbkę miareczkować 0,1 N roztworem kwasu solnego wobec kilku kropel roztworu fenoloftaleiny do zaniku różowego zabarwienia. Alkaliczność (X_1) obliczyć jako procentową zawartość Na₂O według wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot f \cdot 0,0031 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość 0,1 N roztworu HCl zużytego do miareczkowania, cm³,

f — mnożnik przeliczeniowy na ściśle 0,1 N roztwór HCl,

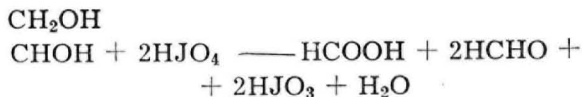
m — odważka badanej próbki, g

0,0031 — ilość gramów tlenu sodowego odpowiadająca 1 cm³ 0,1 N roztworu kwasu solnego.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Wyniki nie powinny się różnić więcej niż o 0,02%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości gliceryny

5.4.5.1. Zasada oznaczenia. Metoda polega na utleniającym działaniu kwasu nadjodanowego na dwie sąsiadujące grupy hydroksylowe w glicerynie, przy czym następuje rozerwanie łańcucha węglowego i powstaje jedna cząsteczka kwasu mrówkowego oraz dwie cząsteczki aldehydu wg wzoru



Otrzymany kwas mrówkowy miareczkuje się 0,1 N wodorotlenkiem sodowym.

Reakcja przebiega w temperaturze pokojowej.

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. — 0,1 N roztwór,
- b) m-Nadjodan sodowy cz.d.a. Roztwór: 60 g m — nadjodanu rozpuścić w kolbie miarowej pojemności 1000 cm³ w 500 cm³ świeżo wygotowanej i ostudzonej wody. Dodać 120 cm³ 0,1 N

kwasy siarkowego, dopełnić wygotowaną wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Roztwór przechowywać w ciemnych butelkach z korkiem szlifowanym.

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

d) Błękit bromotymolowy — 0,1-procentowy. Roztwór: 0,1 g suchego wskaźnika rozetrzeć w moździerzu z dodatkiem 3,2 cm³ 0,1 N wodorotlenku sodowego, spłukać wodą do kolby miarowej pojemności 100 cm³ i dopełnić do kreski.

e) Glikol etylenowy cz.d.a. — 50-procentowy roztwór.

5.4.5.3. Wielkość odważki należy dobrać wg tabl. 3

Tablica 3

Przewidywana zawartość gliceryny, %	Odważka, g
90 ÷ 100	0,45
80 ÷ 90	0,50
70 ÷ 80	0,55
60 ÷ 70	0,65
poniżej 60	0,75

Przy nieznannej zawartości gliceryny w próbce badanej, należy najpierw określić jej przybliżoną zawartość wykonując oznaczenie dla odważki odpowiadającej glicerynie 90 ÷ 100%. Zbyt duże odważki powodują znaczne zaniżenie wyników przez nieprzereagowanie gliceryny z kwasem nadjodowym. Odważki za niskie dają mniej dokładne wyniki przez zwiększenie błędu oznaczania.

5.4.5.4. Wykonanie oznaczania. W małym naczynku wagowym odważyć próbkę badanej gliceryny w ilości wg tabl. 3 i przenieść wraz z naczynkiem do kolby stożkowej pojemności 300 cm³. Próbkę rozpuścić w 50 cm³ wody dodać 5 kropli błękitu bromotymolowego i zobjętnić 0,1 N roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia czysto niebieskiego zabarwienia. Następnie dodać pipetą 50 cm³ roztworu nadjodanu sodu, wymieszać, lekko zamknąć szklanym korkiem i pozostawić na 30 min w ciemnym miejscu. Po upływie tego czasu dodać 10 cm³ roztworu glikolu, wymieszać i ponownie pozostawić na 20 min w tych samych warunkach. Do próbki dodać 5 kropli roztworu błękitu bromotymolowego i miareczkować 0,1 N roztworem wodorotlenku sodowego. Równoległe wykonać w tych samych warunkach co najmniej dwie próby ślepo.

Zawartość gliceryny X_2 obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V - V_1) \cdot f \cdot 0,009209 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

V_1 — objętość 0,1 N wodorotlenku sodowego zużytego na miareczkowanie ślepej próby, cm³,

V — objętość 0,1 N wodorotlenku sodowego zużyta na miareczkowanie próby właściwej, cm³,

f — mnożnik przeliczeniowy na ściśle 0,1 N wodorotlenek sodowy,

m — odważka próbki badanej, g,

0,009202 — masa gliceryny odpowiadającej 1 cm³ 0,1 N NaOH.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż 0,5%.

5.4.6. Oznaczanie popiołu. Odważyć około 1 g gliceryny surowej ługowej lub 5 g gliceryny surowej saponifikacyjnej z dokładnością do 0,0002 g w tyglu platynowym lub porcelanowym i ostrożnie odparować na małym płomieniu do całkowitego odparowania. Suchą próbkę zapalić. Po całkowitym wypaleniu przenieść tygiel na około 10 min do pieca muflowego o temperaturze 600 ÷ 800°C. Następnie ostudzić tygiel w ekzykatorze i zważyć z dokładnością do 0,0002 g. Zawartość popiołu (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

m_1 — masa popiołu, g,

m — odważka próbki badanej, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 0,25%.

5.4.7. Oznaczanie zawartości nielotnych substancji organicznych

5.4.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. — 0,1 N roztwór.

b) Węglan sodowy cz.d.a. — 0,1 N roztwór.

c) Fenoloftaleina — 1-procentowy roztwór alkoholowy.

5.4.7.2. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć badaną próbkę w ilości 10 g gliceryny saponifikacyjnej lub 2 ÷ 5 g gliceryny ługowej. Odważkę przenieść ilościowo, spłukując małą ilością wody destylowanej do kolby miarowej pojemności 100 cm³. Próbkę gliceryny powinna wykazywać alkaliczność wynoszącą 0,15 ÷ 0,20% w przeliczeniu na Na₂O oznaczoną wg 5.2.4. Jeżeli gliceryna wykazuje alkaliczność mniejszą lub większą od podanej albo odczyn kwaśny, należy doprowadzić ją do alkaliczności wymaganej przez dodanie obliczonej ilości 0,1 N roztworu kwasu

solnego lub 0,1 N roztworu węgla sodowego. Po doprowadzeniu próbki do wymaganej alkaliczności dopełnić kolbę wodą destylowaną do kreski.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. Pobrać 10 cm³ roztworu przygotowanego wg 5.2.7.2 do wysuszonej do stałego ciężaru i zważonej szalki Petriego o średnicy 55 ÷ 60 mm i wysokość 12 ÷ 20 mm lub do płaskiej parowniczkii o podobnych wymiarach. Naczynko z roztworem gliceryny umieścić na płytce azbestowej w suszarce o temperaturze 105 ÷ 110°C i odparować większą część wody. Resztę wody odparować, podnosząc temperaturę w ciągu około 1 h do 140°C. Następnie podnieść temperaturę do 160°C i odpędzać glicerynę w ciągu około 1 h.

Po prawie całkowitym odprowadzeniu gliceryny ostudzić naczynko na powietrzu, pozostałość rozpuścić w 1 cm³ wody destylowanej, odparować wodę w suszarce, podnieść temperaturę stopniowo do 160°C i suszyć w tej temperaturze około 1 h. Po ponownym dodaniu 1 cm³ wody do pozostałości, postępować jak poprzednio lecz suszyć w temperaturze 160°C dokładnie 1 h.

Następnie naczynko ostudzić w eksykatorze i zważyć.

Rozpuszczanie pozostałości w 1 cm³ wody, odparowywanie wody i suszenie w temperaturze 160°C w ciągu dokładnie 1 h powtarzać tak długo, aż strata masy nie będzie przekraczać 1,5 mg.

Zawartość nielotnej pozostałości (X₄) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 10 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

m₁ — masa nielotnej pozostałości, g,

m — odważka badanej próbki, g.

Przy obliczaniu, przygotowując próbkę do oznaczenia, należy wprowadzić poprawkę do masy nielotnej pozostałości, odejmując od iloczynu m₁ · 10:

0,0018 g na każdy cm³ 0,1 N roztworu HCL dodanego w celu zmniejszenia alkaliczności wyższej niż 0,25%,

0,0022 g na każdy cm³ 0,1 N roztworu Na₂CO₃ zużytego do zobojętnienia próbki kwaśnej,

0,0053 g na każdy cm³ 0,1 N roztworu Na₂CO₃ dodanego po zobojętnieniu próbki kwaśnej lub do próbki alkaliczności niższej niż 0,15%.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,3%.

5.4.8. Obliczanie zawartości nielotnych substancji organicznych. Zawartość nielotnych substancji organicznych (X₅) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_5 = X_4 - X_3 \quad (5)$$

w którym:

X₃ — zawartość popiołu, %,

X₄ — zawartość nielotnych pozostałości, %.

5.5. Ocena wyników badań. Partię gliceryny należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom rozdz. 3.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Wytwórca jest obowiązany przedstawić zaświadczenie zgodności każdej partii z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6026-02

a) zmieniono zawartość popiołu dla gliceryny saponifikacyjnej,

b) zmieniono metodę oznaczania zawartości popiołu,

c) zmieniono metodę oznaczania alkaliczności.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością.

Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-87/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny z obręczami nasadzonymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej zał. nr 10 DKP (Dz. TiZK z 1968 r.) p. 4, poz. 10 wraz z późniejszymi zmianami.

4. Autorzy projektu normy: inż. Irena Mazgajska, dr inż. Krystyna Ceglowska, dr Maria Beldowicz — Instytut Chemii Przemysłowej.

5. Wydanie 2 — stan aktualny: październik 1987 — uaktualniono normy związane.