

| | | |
|------------------------------------|---|-----------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | N O R M A B R A N Ż O W A | BN-87 |
| | Półprodukty organiczne Gliceryna do wyrobów kosmetycznych | 6026-78 |
| | | Grupa katalogowa 1021 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest gliceryna do wyrobów kosmetycznych otrzymywana przez zagęszczenie wód glicerynowych lub ługów pomydlnych oczyszczanych na jonitach lub przez destylację. Gliceryna ma:

- wzór sumaryczny $C_3H_8O_3$
- masę cząsteczkową 92,09

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Glicerynę do wyrobów kosmetycznych stosuje się jako surowiec w przemyśle kosmetycznym.

2. OZNACZENIE

GLICERYNA DO WYROBÓW KOSMETYCZNYCH
BN-88/6026-78

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania fizykochemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

| Wymagania | |
|--|----------------|
| a) Barwa w skali jodowej, mg J/100 ml roztworu, nie więcej niż | 2 |
| b) Przezroczystość | całkowita |
| c) Zapach | słaby, swoisty |
| d) Gliceryny, % (m/m), nie mniej niż | 90 |
| e) Odczyn | obojętny |
| f) Liczba zmydlenia, mg KOH/g, nie więcej niż | 0,7 |
| g) Substancji redukujących | brak |
| h) Popiołu, % (m/m), nie więcej niż | 0,01 |
| i) Metali ciężkich, ppm (m/m), nie więcej niż | 5 |
| j) Siarczanów, ppm (m/m), nie więcej niż | 50 |
| k) Chlorków, ppm (m/m), nie więcej niż | 10 |
| l) Żelaza, ppm (m/m), nie więcej niż | 2 |
| h) Wapnia, ppm (m/m), nie więcej niż | 10 |
| m) Kwasów tłuszczowych i żywicznych | brak |
| n) Siarczków | brak |
| o) Arseniu | brak |
| p) Szczoławinów | brak |

3.2. Okres trwałości. Gliceryna do wyrobów kosmetycznych pakowana i przechowywana zgodnie z 4.1 i 4.2 powinna odpowiadać wymaganiom wg 3.1 przez 24 miesiące od daty produkcji.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Glicerynę do wyrobów kosmetycznych należy pakować w bębny wg BN-78/6411-05 lub bańki wg BN-79/6411-06 z tworzyw sztucznych. Po uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem dopuszcza się stosowanie innego rodzaju opakowań pod warunkiem, że opakowania te zabezpieczą produkt co najmniej w takim samym stopniu jak wymienione wyżej i ich wymiary będą zgodne z PN-78/O-79021.

Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-85/O-79252, umieszczając na każdym dane zawierające co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji,
- liczbę warstw ładowania,
- liczbę warstw składowania.

4.2. Przechowywanie. Glicerynę do wyrobów kosmetycznych należy przechowywać w opakowaniu wg 4.1 w magazynach zadaszonych zgodnie z PN-73/C-04820 p. 4.1. Wysokość składowania produktu pakowanego w bębny — 1 warstwa, pakowanego w bańki — 2 warstwy.

4.3. Transport. Glicerynę do wyrobów kosmetycznych opakowaną i oznakowaną wg 4.1, można przewozić wagonami kolejowymi i samochodami ciężarowymi. Transport powinien odbywać się zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Przemysłowej
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 19 października 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1988, poz. 17)

Wysokość ładowania opakowań: 1 warstwa dla produktu pakowanego w bębny i 2 warstwy dla produktu pakowanego w bańki.

Produkt nie jest szkodliwy dla zdrowia. Nie stwarza zagrożeń pożarowych i wybuchowych w transporcie i nie podlega przepisom transportowym dla materiałów niebezpiecznych.

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania pełne. Badania pełne obejmują wszystkie wymagania wg tabl. 1 p. 3.1. Badania pełne należy wykonywać w przypadkach spornych lub na żądanie organów kontroli i nadzoru oraz przy okresowej kontroli produkcji przynajmniej raz na kwartał.

5.1.2. Badania niepełne. Badania niepełne obejmują oznaczania wg 3.1 a) ÷ g). Badania niepełne należy wykonać dla każdej partii wyrobu.

5.2. Wielkość partii. Partię gliceryny kosmetycznej stanowi 5000 kg produktu opakowanego w tego samego rodzaju opakowania.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań gliceryny do wyrobów kosmetycznych w bębnach lub bańkach z tworzywa sztucznego należy pobrać w sposób losowy wg PN-83/N-03010 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 |

Próbki pierwotne z bębnow lub banierek należy pobrać z całej wysokości słupa cieczy próbnikiem nr 1 lub 2 wg PN-74/C-60008. Liczba pobieranych prób pierwotnych z jednego opakowania 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 800 g, podzielić ją na dwie części i umieścić w dwóch szklanych naczyniach szczelnie zamykanych doszlutowanym korkiem.

Jedną część średniej próbki laboratoryjnej należy przeznaczyć do badań, a drugą należy przechowywać przez okres trwałości.

Jeżeli gliceryna znajduje się w stanie stałym, przed pobraniem próbki należy ją podgrzać do stanu ciekłego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie barwy. Barwę gliceryny do wyrobów kosmetycznych należy wykonać wg PN-84/C-04534/02.

5.4.2. Oznaczanie przezroczystości należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.2.

5.4.3. Sprawdzenie zapachu należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.3.

5.4.4. Oznaczanie zawartości gliceryny. Zawartość gliceryny w badanym produkcie, podaną w procentach, należy odczytać z tabl. 3.

Informacje dodatkowe na podstawie gęstości oznaczonej wg PN-85/C-04004 p. 2.2.

Tablica 3

| Gęstość d_{20} | Zawartość gliceryny % | Gęstość d_{20} | Zawartość gliceryny % | Gęstość d_{20} | Zawartość gliceryny % |
|------------------|-----------------------|------------------|-----------------------|------------------|-----------------------|
| 1,2636 | 100 | 1,2504 | 94,9 | 1,2370 | 89,8 |
| 1,2633 | 99,9 | 1,2502 | 94,8 | 1,2367 | 89,7 |
| 1,2631 | 99,8 | 1,2499 | 94,7 | 1,2365 | 89,6 |
| 1,2628 | 99,7 | 1,2497 | 94,6 | 1,2362 | 89,5 |
| 1,2626 | 99,6 | 1,2494 | 94,5 | 1,2360 | 89,4 |
| 1,2623 | 99,5 | 1,2491 | 94,4 | 1,2357 | 89,3 |
| 1,2620 | 99,4 | 1,2489 | 94,3 | 1,2354 | 89,2 |
| 1,2618 | 99,3 | 1,2486 | 94,2 | 1,2351 | 89,1 |
| 1,2615 | 99,2 | 1,2484 | 94,1 | 1,2349 | 89,0 |
| 1,2612 | 99,1 | 1,2481 | 94,0 | 1,2346 | 88,9 |
| 1,2610 | 99,0 | 1,2478 | 93,9 | 1,2343 | 88,8 |
| 1,2607 | 98,9 | 1,2475 | 93,8 | 1,2340 | 88,7 |
| 1,2505 | 98,8 | 1,2472 | 93,7 | 1,2338 | 88,6 |
| 1,2602 | 98,7 | 1,2470 | 93,6 | 1,2336 | 88,5 |
| 1,2599 | 98,6 | 1,2468 | 93,5 | 1,2333 | 88,4 |
| 1,2597 | 98,5 | 1,2465 | 94,4 | 1,2330 | 88,3 |
| 1,2594 | 98,4 | 1,2463 | 93,3 | 1,2327 | 88,2 |
| 1,2592 | 98,3 | 1,2460 | 93,2 | 1,2324 | 88,1 |
| 1,2589 | 98,2 | 1,2457 | 93,1 | 1,2322 | 88,0 |
| 1,2586 | 98,1 | 1,2454 | 93,0 | 1,2319 | 87,9 |
| 1,2584 | 98,0 | 1,2451 | 92,9 | 1,2316 | 87,8 |
| 1,2581 | 97,9 | 1,2449 | 92,8 | 1,2313 | 87,7 |
| 1,2579 | 97,8 | 1,2446 | 92,7 | 1,2310 | 87,6 |
| 1,2576 | 97,7 | 1,2444 | 92,6 | 1,2308 | 87,5 |
| 1,2573 | 97,6 | 1,2442 | 92,5 | 1,2306 | 87,4 |
| 1,2571 | 97,5 | 1,2439 | 92,4 | 1,2303 | 87,3 |
| 1,2568 | 97,4 | 1,2436 | 92,3 | 1,2300 | 87,2 |
| 1,2566 | 97,3 | 1,2434 | 92,2 | 1,2298 | 87,1 |
| 1,2563 | 97,2 | 1,2431 | 92,1 | 1,2295 | 87,0 |
| 1,2561 | 97,1 | 1,2428 | 92,0 | 1,2292 | 86,9 |
| 1,2558 | 97,0 | 1,2425 | 91,9 | 1,2289 | 86,8 |
| 1,2555 | 96,9 | 1,2423 | 91,8 | 1,2287 | 86,7 |
| 1,2553 | 96,8 | 1,2420 | 91,7 | 1,2284 | 86,6 |
| 1,2550 | 96,7 | 1,2418 | 91,6 | 1,2281 | 86,5 |
| 1,2548 | 96,6 | 1,2415 | 91,5 | 1,2279 | 86,4 |
| 1,2545 | 96,5 | 1,2413 | 91,4 | 1,2276 | 86,3 |
| 1,2543 | 96,4 | 1,2410 | 91,3 | 1,2274 | 86,2 |
| 1,2540 | 96,3 | 1,2407 | 91,2 | 1,2271 | 86,1 |
| 1,2538 | 96,2 | 1,2405 | 91,1 | 1,2269 | 86,0 |
| 1,2535 | 96,1 | 1,2402 | 91,0 | 1,2267 | 85,9 |
| 1,2533 | 96,0 | 1,2399 | 90,9 | 1,2265 | 85,8 |
| 1,2530 | 95,9 | 1,2396 | 90,8 | 1,2263 | 85,7 |
| 1,2528 | 95,8 | 1,2394 | 90,7 | 1,2260 | 85,6 |
| 1,2525 | 95,7 | 1,2391 | 90,6 | 1,2257 | 85,5 |
| 1,2523 | 95,6 | 1,2389 | 90,5 | 1,2254 | 85,4 |
| 1,2520 | 95,5 | 1,2386 | 90,4 | 1,2252 | 85,3 |
| 1,2517 | 95,4 | 1,2383 | 90,3 | 1,2249 | 85,2 |
| 1,2515 | 95,3 | 1,2381 | 90,2 | 1,2246 | 85,1 |
| 1,2512 | 95,2 | 1,2378 | 90,1 | 1,2242 | 85,0 |
| 1,2509 | 95,1 | 1,2375 | 90,0 | | |
| 1,2507 | 95,0 | 1,2372 | 89,9 | | |

5.4.5. Oznaczanie odczynu

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina: 1 g fenoloftaleiny rozpuścić w 100 ml alkoholu etylowego.

b) Kwas solny lub siarkowy cz.d.a., roztwór 0,1 mol/l.

c) Wodorotlenek sodowy lub potasowy cz.d.a., roztwór 0,1 mol/l.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. W kolbie stożkowej pojemności 200 ÷ 250 ml rozpuścić 25 ml badanej gliceryny w 50 ml świeżo przygotowanej wg PN-81/C-06500 wodzie destylowanej wolnej od dwutlenku węgla, dodać kroplę fenoloftaleiny.

Roztwór powinien pozostać bezbarwny.

Po dodaniu 0,05 ml roztworu wodorotlenku powinien się zabarwić na kolor różowy, który powinien natychmiast zniknąć po dodaniu 0,05 ml roztworu kwasu.

5.4.6. Oznaczenie liczby zmydlenia należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.7.

5.4.7. Sprawdzenie nieobecności substancji redukujących należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.13.

5.4.8. Oznaczenie popiołu. Około 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 (m/m) wg wzoru

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

w którym:

m_1 — masa popiołu, g,

m — odważka gliceryny, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą o więcej niż 0,001%.

5.4.9. Oznaczenie zawartości metali ciężkich

5.4.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Tioacetamid $\text{CH}_3 \cdot \text{CS} \cdot \text{NH}_2$ cz.d.a., roztwór 5% (m/m).

b) Roztwór wzorcowy: 1 g octanu ołowianego cz.d.a. $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w 1 l kolbie pomiarowej; 10 ml tego roztworu przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 l, dopełnić wodą do kreski i wymieszać; 1 ml tak otrzymanego roztworu zawiera 0,00542 mg Pb.

5.4.9.2. Wykonanie oznaczania. 8 ml badanej gliceryny i 10 ml roztworu wzorcowego umieścić w dwóch jednakowych kolbach stożkowych pojemności po 50 ml. Do każdej kolby dodać 10 ml wody, ogrzać do temperatury 70°C i dodać po 3 ml roztworu tioacetamidu. Po upływie 5 min porównać obydwa roztwory. Jeżeli brunatne zmętnienie roztworu gliceryny jest równe zmętnieniu roztworu wzorcowego, zawartość metali ciężkich odpowiada 5 ppm (m/m) w badanej glicerynie.

5.4.10. Oznaczenie zawartości siarczanów. W kolbie szklanej pojemności 100 ÷ 150 ml odważyć 5,00 g gliceryny, rozcieńczyć w 15 ml wody destylowanej i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 sposobem A.

5.4.11. Oznaczenie zawartości chlorków. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml umieścić 5,00 g badanej gliceryny, dodać 40 ml wody destylowanej, dokładnie wymieszać i wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04518 sposobem A.

3.4.12. Oznaczenie zawartości żelaza

5.4.12.1. Przyrządy

a) Spektrofotometr „Specol” z kuetą o długości drogi optycznej 1,0 cm.

b) Kolba pomiarowa pojemności 10 ml.

5.4.12.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. roztwór 10% (m/m).

b) Rodanek amonowy cz.d.a. nie zawierający żelaza roztwór 20% (m/m).

5.4.12.3. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej odmierzyć 4 ml badanej gliceryny, dodać 4 krople roztworu kwasu solnego, 0,5 ml roztworu rodanku amonowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Pomiar wykonać względem wody, w kuetach o długości drogi optycznej 1 cm na spektrofotomerze przy długości fali 530 nm.

Odczytany wynik nie powinien przekroczyć 0,08 wartości absorbancji, co odpowiada 2 ppm (m/m) zawartości żelaza w badanej glicerynie.

5.4.13. Oznaczenie zawartości wapnia

5.4.13.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a. roztwór 10% (m/m).

b) Chlorek amonowy cz.d.a. roztwór 10% (m/m).

c) Szczawian amonowy cz.d.a. roztwór 10% (m/m).

d) Roztwór wzorcowy: 1,000 g bezwodnego chlorku wapniowego cz.d.a. przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, dopełnić wodą do kreski i dokładnie rozpuścić. 10 ml tego roztworu rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml.

1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,036 mg Ca.

5.4.13.2. Wykonanie oznaczania. W próbówce rozpuścić 3 ml badanej gliceryny w 3 ml wody. W takiej samej próbówce umieścić 1 ml roztworu wzorcowego i 5 ml wody. Kolejno do obu próbek dodawać 1 ml roztworu amoniaku, 1 ml roztworu chlorku amonowego i 1 ml roztworu szczawianu amonowego. Mieszaniny ogrzać do wrzenia i pozostawić.

Jeśli w próbówce z badaną gliceryną powstanie zmętnienie w czasie od 5 min do 4 h, analogicznie jak w próbówce wzorcowej, odpowiada to 10 ppm (m/m) zawartości wapnia w badanej glicerynie.

5.4.14. Sprawdzenie nieobecności kwasów tłuszczowych i żywicznych należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.8.

5.4.15. Sprawdzenie nieobecności siarczanów należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.9.

5.4.16. Sprawdzenie nieobecności arsenu należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.10.

5.4.17. Sprawdzenie nieobecności szczawianów należy wykonać wg PN-76/C-24005 p. 5.4.18.

5.5. Ocena wyników badań. Partię gliceryny do wyrobów kosmetycznych należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5.4 odpowiadają wymaganiom wg rozdz. 3.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii gliceryny do wyrobów kosmetycznych wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa ul. Rydygiera 8.

2. Normy i dokumenty związane

- PN-85 C-04004 Ropa naftowa i przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości
- PN-67 C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
- PN-87/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków metodą turbidymetryczną
- PN-87/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczianów w bezbarwnym roztworze metodą turbidymetryczną
- PN-84 C-04534/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali jodowej
- PN-73/C-04820 Środki do prania i mycia, wyroby chemii gospodarczej oraz wyroby kosmetyczne i perfumeryjne. Wytyczne pakowania, przechowywania i transportu
- PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych
- PN-76 C-24005 Gliceryna destylowana
- PN-74 C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
- PN-83/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór jednostek produktu do próbki
- PN-78 O-79021 Opakowania. System wymiarowy
- PN-85 O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- BN-78 6411-05 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Bębny
- BN-79 6411-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Butla

Ustawa o prawie przewozowym z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53 poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczeniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9 poz. 68 z 1985 r.)

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w/s ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24 poz. 123 z 1963 r. i nr 35 poz. 250 z 1968 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15 poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

3. Normy zagraniczne i międzynarodowe

- Anglia BS 2621-5, 1979 Specification for Glycerol
- CSRS ČSN 66 1310 Glycerin destilovaný
- ZSRR ГОСТ 6824-76 Глицерин дистиллированный
- USA ASTM D 1168-61 Standard Methods of Testing 13. Determination of Density of Glycerin
- USA ASTM D 1258-79 Standard Methods of Sampling and Testing highgravity Glycerin
- ISO 1641 Glycerines for industrial use. Samples and test methods. General
- ISO 1615 Glycerines for industrial use. Determination of alkalinity or acidity. Titrimetric method
- ISO 2096 Glycerols for industrial use. Methods of sampling
- ISO 2098 Glycerols for industrial use. Determinations of ash. Gravimetric method
- ISO 2499 Purified glycerol for industrial use. Determination of density at 20°C

4. Symbol wg SWW — 1321-219.

5. Autorzy projektu normy — mż. I. Mazgajska, mgr H. Turlewicz — Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa.