

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		BN-76
	Gliceryna surowa		6026-02
			Zamiast BN-63/6026-02
			Grupa katalogowa X 21

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest gliceryna surowa otrzymana przez zateżenie wód glicerynowych uzyskiwanych w procesie rozszczepiania lub zmydlenia 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 zmydleniu 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 zmętnienia	
d) Alkaliczność wyrażona w Na <sub>2</sub> 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 1 odmiany S, wg BN-69/5046-03.

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-64/O-79021.

Znakowanie należy wykonać wg PN-67/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  $\text{Na}_2\text{O}$  (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. Oznaczanie 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 oznaczania.** 10 g badanej gliceryny rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  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  $\text{Na}_2\text{O}$  według wzoru

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

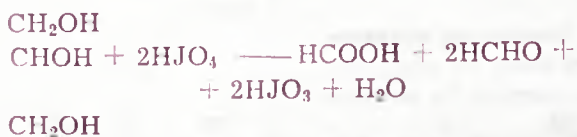
w którym:

- $V$  — objętość 0,1 N roztworu HCl zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,
- $f$  — mnożnik przeliczeniowy na ściśle 0,1 N roztwór HCl,
- $m$  — odważka badanej próbki, g
- 0,0031 — ilość gramów tlenu sodowego odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  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 oznaczania.** 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  $\text{cm}^3$  w 500  $\text{cm}^3$  świeżo wygotowanej i ostudzonej wody. Dodać 120  $\text{cm}^3$  0,1 N



kwasu 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 cm<sup>3</sup> 0,1 N wodorotlenku sodowego, splukać wodą do kolby miarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup>. Próbkę rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody dodać 5 kropli błękitu bromotymolowego i zobojętnić 0,1 N roztworem wodorotlenku sodowego do wystąpienia czysto niebieskiego zabarwienia. Następnie dodać pipetą 50 cm<sup>3</sup> roztworu nadjodanu sodu, wymieszać, lekko zamknąć szklanym korkiem i pozostawić na 30 min w ciemnym miejscu. Po upływie tego czasu dodać 10 cm<sup>3</sup> 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 ślepe.

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, cm<sup>3</sup>,

$V$  — objętość 0,1 N wodorotlenku sodowego zużyta na miareczkowanie próby właściwej, cm<sup>3</sup>,

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

$m$  — odważka próbki badanej, g,

0,009202 — masa gliceryny odpowiadającej 1 cm<sup>3</sup> 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 mufłowego o temperaturze 600 ÷ 800°C. Następnie ostudzić tygiel w ekscyatorze 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 o 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, splukując małą ilością wody destylowanej do kolby miarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Probka gliceryny powinna wykazywać alkaliczność wynoszącą 0,15 ÷ 0,20% w przeliczeniu na Na<sub>2</sub>O 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 cm<sup>3</sup> 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 godz do 140°C. Następnie podnieść temperaturę do 160°C i odpędzać glicerynę w ciągu około 1 godz.

Po prawie całkowitym odprowadzeniu gliceryny ostudzić naczynko na powietrzu, pozostałość rozpuścić w 1 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, odparować wodę w suszarce, podnieść temperaturę stopniowo do 160°C i suszyć w tej temperaturze około 1 godz. Po ponownym dodaniu 1 cm<sup>3</sup> wody do pozostałości, postępować jak poprzednio lecz suszyć w temperaturze 160°C dokładnie 1 godz.

Następnie naczynko ostudzić w ekcykatorze i zważyć.

Rozpuszczanie pozostałości w 1 cm<sup>3</sup> wody, odparowywanie wody i suszenie w temperaturze 160°C w ciągu dokładnie 1 godz powtarzać tak długo, aż strata masy nie będzie przekraczać 1,5 mg.

Zawartość nielotnej pozostałości (X<sub>4</sub>) obliczyć w procentach według wzoru

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

w którym:

- m<sub>1</sub> — 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 m<sub>1</sub> · 10:

0,0018 g na każdy cm<sup>3</sup> 0,1 N roztworu HCL dodanego w celu zmniejszenia alkaliczności wyższej niż 0,25%,

0,0022 g na każdy cm<sup>3</sup> 0,1 N roztworu Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> użytego do zobojętnienia próbki kwaśnej,

0,0053 g na każdy cm<sup>3</sup> 0,1 N roztworu Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 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 (X<sub>5</sub>) obliczyć w procentach według wzoru

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

w którym:

- X<sub>3</sub> — zawartość popiołu, %,
- X<sub>4</sub> — 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-64/C-79021 System wymiarowy opakowań

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

BN-69/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi

Przepisy o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej zał. nr 10 DKP (Dz. TiZK z 1988 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.