

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Środki pomocnicze do tworzyw sztucznych	6065-10
	Stearynian wapniowy	Zamiast BN-64/6069-02 ✓
		Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest stearynian wapniowy otrzymywany z reakcji stearyny ze związkami wapniowymi.

Stearynian wapniowy jest solą wapniową kwasów tłuszczowych, głównie stearynowego i palmitynowego.

Stearynian wapniowy ma zastrzeżoną nazwę handlową ERGOTERM SC. Nazwa ta może być stosowana tylko dla produktu Zakładów Tworzyw Sztucznych BORYSZEW-ERG.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Stearynian wapniowy jest stosowany jako stabilizator dla niezbyt ostrych warunków przetwórstwa w przemyśle tworzyw sztucznych oraz jako zewnętrzny środek smarny.

2. OZNACZENIE

STEARYNIAN WAPNIOWY BN-74/6065-10

lub

ERGOTERM SC BN-74/6065-10

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania organoleptyczne. Stearynian wapniowy powinien być białym lub kremowym proszkiem, bez obcych wtrąceń, widocznych nieuzbrojonym okiem.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Wapnia, %, co najmniej	6,5
b) Wody, %, najwyżej	3,5
c) Liczba kwasowa, mg KOH/g, najwyżej	4
d) Przesiew przez sito o boku oczka kwadratowego 0,4 mm	całkowity
e) Części nierozpuszczalnych w 30-procentowym roztworze kwasu octowego i benzenie, %, najwyżej	0,15
f) Czystość przemycia na obecność: chlorków, siarczanów oraz pH wyciągu wodnego	wg 5.4.6

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Stearynian wapniowy należy pakować po 25 lub 30 kg do worków z folii polichlorowinyłowej lub polietylenowej umieszczonych w workach papierowych, otwartych klejonych, trzywarstwowych z wkładką wodoodporną wg PN-70/P-79005.

Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj opakowania z tym zastrzeżeniem, że opakowanie to powinno zabezpieczać produkt w stopniu nie gorszym niż wyżej podane i mieć wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Na każdym opakowaniu należy umieścić etykietę zawierającą co najmniej:

- a) nazwę lub znak zakładu,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) datę produkcji,
- d) numer partii,
- e) masę brutto i netto,
- f) znak KJ.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw Sztucznych ERG
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu
Tworzyw Sztucznych ERG dnia 29 sierpnia 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 35/1974 poz. 117)

Wymiary, barwa i sposób znakowania powinny być zgodne z PN-67/O-79252.

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 przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Stearynian wapniowy w opakowaniu wg 4.1 należy przechowywać w suchym i przewiewnym pomieszczeniu.

4.4. Transport. Stearynian wapniowy w opakowaniu wg 4.1 można przewozić powszechnie stosowanymi środkami transportowymi, zabezpieczając produkt przed wpływami atmosferycznymi oraz czynnikami mechanicznymi, mogącymi spowodować uszkodzenie opakowań.

Ładowanie wagonów i zabezpieczanie opakowań z produktem powinno być zgodne z obowiązującymi Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości wapnia,
- oznaczanie zawartości wody,
- oznaczanie liczby kwasowej,
- oznaczanie przesiewu,
- oznaczanie części nierozpuszczalnych w 30-procentowym roztworze kwasu octowego i benzenu,
- oznaczanie czystości przemycia.

5.2. Wielkość partii. Za partię stearynianu wapniowego należy uważać jednorodny produkt w ilości do 10 000 kg.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek stosować wytyczne PN-67/C-04500 rozdz. 2, 3, 4 i 5 (postanowienia dotyczące produktów sypkich).

Z partii produktu podlegającego odbiorowi wybrać w sposób losowy liczbę opakowań do pobierania próbek jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
ponad 160	15

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne każdą o masie co najmniej 200 g. Próbki pobierać z różnych poziomów opakowania, próbnikiem nr 16 wg PN-74/C-60008, czerpakiem lub rurą szklaną zastępującą próbnik.

Próbkę ogólną należy dokładnie wymieszać i zmniejszyć jej masę do około 1 000 g. Z tak przygotowanej próbki pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g i umieścić ją w czystym, suchym słoiku. Następnie całość podzielić na dwie równe części, z których jedną przeznaczyć do wykonania badań, a drugą przechowywać przez trzy miesiące na wypadek analizy rozjemczej. Wybór laboratorium rozjemczego powinien być uzgodniony między producentem i odbiorcą.

Opakowania z próbkami należy zaopatrzyć w etykietę zawierającą: nazwę zakładu, nazwę produktu, numer partii, datę pobrania próbki i podpis pobierającego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości wapnia

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,01m: 3,721 g uprzednio wysuszonego wersenianu dwusodowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do kreski w kolbie pomiarowej objętości 1 dm³.

b) Roztwór buforowy: 80 g wodorotlenku sodowego cz.d.a. rozpuścić w 500 cm³ wody destylowanej.

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

d) Wskaźnik: 0,1 g mureksydu i 0,7 g zieleni naftolowej B utrzyć bardzo dokładnie ze 100 g chlorku sodowego cz.d.a. i przechowywać w butelce z ciemnego szkła.

e) Wzorcowy 0,01m roztwór wapnia służący do nastawiania miana wersenianu dwusodowego: 1,0001 g węglanu wapniowego cz.d.a., uprzednio wyprażonego w temperaturze 250°C, odważyć z dokładnością do 0,0001 g i rozpuścić ostrożnie w 25 cm³ 1n kwasu solnego w zlewce przykrytej szkiełkiem zegarkowym. Po rozpuszczeniu przelać do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

Powyższy roztwór zawiera w 1 cm³ — 0,4008 mg wapnia.

5.4.1.2. Ustalanie miana wersenianu dwusodowego. Do ustalania miana należy pobrać próbkę roztworu wzorcowego (5.4.1.1e) o objętości 20 cm³ do kolby pojemności 300 cm³, dodać 100 cm³ wody destylowanej, 5 cm³ roztworu buforowego, szczyptę wskaźnika i miareczkować wersenianem dwusodowym do zmiany barwy z szarej na niebieską. Pod koniec miareczkowania dodawać jeszcze kilkakrotnie po szczypcie wskaźnika.

Miano wersenianu dwusodowego (F) w mg wapnia odpowiadającego 1 cm^3 ściśle $0,01\text{m}$ wersenianu dwusodowego obliczyć wg wzoru

$$F = \frac{8,016}{V} \quad (1)$$

w którym V — objętość wersenianu dwusodowego zużytego do zmiareczkowania roztworu wzorcowego, cm^3 .

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o $0,1$.

5.4.1.3. Wykonanie oznaczania. 1 g stearynianu wapniowego odważyć z dokładnością do $0,0001 \text{ g}$, umieścić w zlewce pojemności 200 cm^3 i powoli rozpuścić w 4 cm^3 stężonego kwasu solnego, podgrzewając do lekkiego wrzenia i utrzymując w stanie lekkiego wrzenia przez co najmniej 5 min .

Następnie dodać 50 cm^3 wody destylowanej i po ostudzeniu przesączyć przez sączek jakościowy do kolby pomiarowej pojemności 250 cm^3 . Zlewkę i sączek należy dokładnie wymyć wodą destylowaną i dołączyć ją do przesączu. Z tak przygotowanego roztworu pobrać 20 cm^3 roztworu do kolby stożkowej pojemności 200 cm^3 , dodać 50 cm^3 wody i 5 cm^3 roztworu buforowego, szczyptę wskaźnika i miareczkować mianowanym roztworem wersenianu dwusodowego, postępując identycznie jak przy ustalaniu miana.

Zawartość wapnia (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot F \cdot 250 \cdot 100}{20 \cdot m \cdot 1000} \quad (2)$$

w którym:

- V — objętość zużytego wersenianu dwusodowego, cm^3 ,
- F — ilość wapnia odpowiadająca 1 cm^3 ściśle $0,01\text{m}$ wersenianu dwusodowego, mg ,
- m — odważka stearynianu wapniowego, g .

5.4.1.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o $0,1\%$.

5.4.2. Oznaczanie zawartości wody

5.4.2.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć w uprzednio wysuszonym do stałej masy naczynku wagowym z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ — 2 g stearynianu wapniowego i suszyć w suszarce w temperaturze $100 \div 105^\circ\text{C}$ przez 2 godz .

Zawartość wody (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_3} \cdot 100 \quad (3)$$

w którym:

- m_1 — masa naczynka ze stearynianem wapniowym przed suszeniem, g ,

m_2 — masa naczynka ze stearynianem wapniowym po suszeniu, g ,

m_3 — odważka stearynianu wapniowego, g .

5.4.2.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza $0,1\%$.

5.4.3. Oznaczanie liczby kwasowej

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór alkoholowy $0,1\text{n}$.
- b) Alkohol etylowy cz.d.a.
- c) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy $0,1$ -procentowy.
- d) Eter dwuetylowy, cz.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 2 g stearynianu wapniowego z dokładnością do $0,0005 \text{ g}$, umieścić w kolbie pojemności 200 cm^3 , dodać 50 cm^3 eteru i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną w ciągu 2 godz . Następnie ostudzić, zawartość kolby przesączyć i sączek przemyć dwa razy 25 cm^3 eteru.

Do przesączu dodać 50 cm^3 zubożonego alkoholu etylowego i miareczkować $0,1\text{n}$ roztworem alkoholowym wodorotlenku potasowego, używając jako wskaźnik fenoloftaleiny.

Liczbę kwasową (X_2) obliczyć, w mg KOH/g , wg wzoru

$$X_2 = \frac{5,6 \cdot V}{m} \quad (4)$$

w którym:

- V — objętość alkoholowego roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm^3 ,
- m — odważka stearynianu wapniowego, g ,
- $5,6$ — ilość wodorotlenku potasowego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle $0,1\text{n}$ roztworu alkoholowego wodorotlenku potasowego, mg .

5.4.4. Oznaczanie przesiewu na sicie o boku oczka kwadratowego $0,4 \text{ mm}$ należy wykonać wg PN-71/C-04501 metodą suchą, stosując 5 g odważki badanego stearynianu, przesiewanie ręczne za pomocą pędzelka, czas siania 5 min , odważnie z dokładnością do $0,01 \text{ g}$.

5.4.5. Oznaczanie części nierozpuszczalnych w 30-procentowym roztworze kwasu octowego i benzenie

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Benzen cz.d.a.
- b) Kwas octowy cz.d.a., roztwór 30 -procentowy.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do $0,0005 \text{ g}$ w kolbie stożkowej pojemności 300 cm^3 około 5 g stearynianu wapniowego, rozpuścić w 50 cm^3 kwasu octowego i ogrzewać do

chwili wypłynięcia na powierzchnię kwasu stearynowego.

Następnie do kolby dodać ostrożnie 100 cm³ benzenu, całość podgrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 60°C do całkowitego rozpuszczenia i sączyć gorącą ciecz przez wysuszony do stałej masy tygiel z filtrem ze spiekane go szkła G2, wlewając gorącą ciecz małymi porcjami.

W celu przyspieszenia sączenia można od czasu do czasu ręką naciskać tygiel z góry. Po przesączeniu tygiel przepłukać najpierw ciepłym roztworem kwasu octowego, później ciepłym benzenem, następnie znowu kwasem i benzenem.

Po przepłukaniu wysuszyć w temperaturze 100÷105°C i zważyć.

Zawartość części nierozpuszczalnych (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \quad (5)$$

w którym:

m — masa osadu, g,

m_1 — odważka stearynianu wapniowego, g.

5.4.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,04%.

5.4.6. Oznaczanie czystości przemycia

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Fenoloftaleina cz.d.a., roztwór alkoholowy 1-procentowy.

b) Metylooranż cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

c) Kwas octowy cz., roztwór 2n.

d) Azotan srebra, roztwór 5-procentowy.

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

f) Chlorek barowy cz., roztwór 5-procentowy.

g) Roztwór wzorcowy: 2 cm³ ściśle 0,1n kwasu solnego uzupełnić w kolbie do 100 cm³ wodą destylowaną.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 6 g stearynianu wapniowego z dokładnością do 0,01 g do kolby stożkowej pojemności 300 cm³ i dodać 100 cm³ wody destylowanej ogrzanej do temperatury 70÷75°C. Zawartość kolby energicznie mie-

ścić przez 5 min. Ostudzić i przesączyć, otrzymany przesącz podzielić na cztery części do następujących badań.

a) Próba na obecność siarczanów. Jedną część otrzymanego przesączu zakwasić kilkoma kroplami kwasu solnego i dodać 10 cm³ roztworu chlorku barowego. Nie powinno powstać zmętnienie, świadczące o obecności siarczanów.

b) Próba na obecność chlorków. Do jednej probówki wlać około 5 cm³ badanego roztworu (z drugiej części przesączu) do drugiej około 5 cm³ roztworu wzorcowego, następnie dodać do obu po 1 cm³ 2n roztworu kwasu azotowego i po 2 cm³ 5-procentowego roztworu azotanu srebra.

Po zmieszaniu opalescencja badanej próbki nie powinna być intensywniejsza od opalescencji wzorca.

c) Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego. Dwie części otrzymanego przesączu przenieść do dwóch probówek. Do jednej probówki dodać 2÷3 cm³ fenoloftaleiny, do drugiej metylooranżu. Probki powinny wykazać odczyn obojętny wobec obu wskaźników.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

5.6. Ocena wyników badań. Partię stearynianu wapniowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli przeprowadzone badania dadzą wyniki zgodne z rozdz. 3.

W przypadku gdy wynik chociażby jednego badania nie odpowiada wymaganiam podanym w 3.2, badanie to należy powtórzyć na podwójnej liczbie próbek. Jeżeli wyniki powtórnych badań nie odpowiadają wymaganiam normy, partię stearynianu wapniowego należy uznać za niezgodną z normą.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Dla każdej partii stearynianu wapniowego uznanej za zgodną z normą należy wystawić zaświadczenie stwierdzające zgodność partii z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Tworzyw Sztucznych BORYSZEW-ERG.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6069-02

a) wyeliminowano stearynian OR,

b) obniżono zawartość wody z 5 na 3,5%,

c) wyeliminowano badanie temperatury topnienia i po-
piólu,

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonywania

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

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych.

Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

Przepisy o ładowaniu i wyładowaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 (do art. 27, ust. 4, pkt. 4 DKP (PKP, W-wa 1968)

4. Normy zagraniczne

NRD TGL 12 708 Bl. 6 Metallstearates. Calciumstearate

5. Autor projektu normy — Jadwiga Zawisza, Zakłady Tworzyw Sztucznych BORYSZEW-ERG.