

TWORZYWA SZTUCZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-74
	Środki pomocnicze do tworzyw sztucznych Stearynian kadmowy	6065-04
		Zamiast BN-64/6065-04
		Grupa katalogowa X 95

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest środek pomocniczy do tworzyw sztucznych pod nazwą stearynianu kadmowego.

Produkt ten jest mieszaniną soli kadmowych kwasów tłuszczowych, głównie stearynowego i palmitynowego.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Stearynian kadmowy jest stosowany jako stabilizator w przetwórstwie polichloroku winylu.

2. OZNACZENIE

STEARYNIAN KADMOWY BN-74/6065-04

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania organoleptyczne. Stearynian kadmowy powinien być drobno krystalicznym proszkiem o barwie białej do lekko kremowej, bez widocznych zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl.1

Tablica 1

Wymagania	
a) Kadmu, %, nie mniej niż	15
b) Wody, %, nie więcej niż	1,5
c) Temperatura topnienia, °C: nie niższa niż nie wyższa niż	92 102
d) Liczba kwasowa, mg KOH/g, nie więcej niż	6
e) Części nierozpuszczalnych w 30-procentowym roztworze kwasu octowego i benzenie, %, nie więcej niż	0,1
f) Przesiew przez sito o boku oczka kwadratowego 0,3 mm	całkowity
g) Wytrzymałość cieplna w temperaturze 180°C, min. nie mniej niż	45
h) Przewodnictwo właściwe wyciągu wodnego, mS/cm, nie więcej niż	80

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Stearynian kadmowy należy pakować w ilości 10 ÷ 20 kg do worków z folii polichlorowiny lub polietylenowej, umieszczonych w workach papierowych, otwartych, klejonych,

trzywarstwowych symbol Z-71 zgodnie z PN-70/P-79005.

Dopuszczalny jest inny rodzaj opakowania po uzgodnieniu przez zainteresowane strony, jeżeli zabezpiecza produkt nie gorzej niż poprzednio wymieniony rodzaj opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-64/C-79021.

Na każdym opakowaniu należy umieścić zgodnie z PN-67/C-79252 etykietę zawierającą:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- datę produkcji,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- znak kontroli jakości,
- informację "Ostrożnie środek szkodliwy" (zgodnie z Dz.U. nr 2/64 napis ten powinien być wykonany czerwonymi literami na białym tle).

4.2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe należy formować na paletach o wymiarach 800 X 1200 mm. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

4.3. Przechowywanie. Stearynian kadmowy w opakowaniu wg 4.1 należy przechowywać w suchych i przewiewnych pomieszczeniach.

4.4. Transport. Stearynian kadmowy w opakowaniu wg 4.1 można przewozić wszystkimi środkami transportowymi zabezpieczającymi produkt przed opadami atmosferycznymi oraz czynnikami mechanicznymi mogącymi spowodować uszkodzenie opakowań. Ładowanie wagonów i zabezpieczenie opakowań z produktem powinno być zgodne z obowiązującymi przepisami kolejowymi¹⁾. Podczas transportu należy zachować środki ostrożności obowiązujące dla materiałów trujących¹⁾.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości kadmu (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości wody (3.2b),

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw Sztucznych ERG
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw Sztucznych ERG dnia 16 grudnia 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1975 poz. 31)

- c) oznaczanie temperatury topnienia (3.2c),
- d) oznaczanie liczby kwasowej (3.2d),
- e) oznaczanie części nierozpuszczalnych w 30-procentowym roztworze kwasu octowego i benzenie (3.2e),
- f) oznaczanie przesiewu na sicie o boku oczka kwadratowego 0,3 mm (3.2f),
- g) oznaczanie wytrzymałości cieplnej (3.2g),
- h) oznaczanie przewodnictwa właściwego wyciągu wodnego (3.2h).

5.2. Wielkość partii. Za partię stearynianu kadmowego należy uważać jednorodny produkt w ilości do 1000 kg.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek stosować wytyczne wg PN-67/C-04500 rozdz. 2, 3, 4, 5 (postanowienia odnoszące się do produktów sypkich). Z partii produktu podlegającego sprawdzeniu wybrać w sposób losowy liczbę opakowań do pobrania próbek jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań jaką należy wybrać do pobrania próbek jednostkowych
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	12
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne każda o masie co najmniej 200 g. Probki pobrać z różnych poziomów opakowania próbnikiem nr 14 wg PN-74/C-60008, czerpakiem lub rurą szklaną zastępującą próbnik.

Próbkę ogólną należy dokładnie wymieszać, zmniejszyć jej masę do około 1000 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 3 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,
- podpis pobierającego.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie zawartości kadmu

5.4.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,1 m,
- b) Siarczan magnezowy cz.d.a., roztwór 0,1 m.
- c) Roztwór buforowy (67,5 g chlorku amonu cz.d.a. i 570 cm³ 25-procentowego wodorotlenku a-

monu cz.d.a. wymieszać w kolbie pomiarowej o pojemności 1 dm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski).

d) Czerń eriochromowa (0,1 g czerni eriochromowej rozetrzeć dokładnie z 20 g chlorku sodowego cz.d.a.),

e) Kwas solny cz. (1,18) - rozcieńczyć 1 : 10.

5.4.1.2. Ustalenie miana wersenianu dwusodowego (5.4.1.1a). Miano wersenianu dwusodowego sprawdzić na wzorcowym roztworze siarczanu magnezowego (5.4.1.1b) w następujący sposób: odmierzyć z biurety 25 cm³ roztworu wersenianu dwusodowego, dodać 15 cm³ roztworu buforowego (5.4.1.1c), nieco wskaźnika (5.4.1.1d) i miareczkować 0,1m roztworem siarczanu magnezowego do zmiany barwy z niebieskiej na fioletową.

5.4.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g stearynianu kadmowego z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w zlewce pojemności 250 cm³. Do odważonego stearynianu kadmowego dodać 50 cm³ kwasu solnego (5.4.1.1e) i ogrzewać do wrzenia. W tym stanie utrzymywać roztwór przez 1 godzinę. Po rozpuszczeniu próbki, zlewkę z zawartością ostudzić, dodać 50 cm³ zimnej wody destylowanej i przesączyć do kolby pomiarowej pojemności 500 cm³ i dopełnić wodą destylowaną do kreski. Z kolby pobrać 25 cm³ roztworu i przenieść go do zlewki pojemności 200 cm³, dodać 15 cm³ buforu i 25 cm³ wersenianu dwusodowego. Całość miareczkować 0,1m roztworem siarczanu magnezowego wobec czerni eriochromowej do zmiany barwy z niebieskiej na fioletową.

Zawartość kadmu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,01124 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 22,48}{m} \quad (1)$$

w którym:

- V_1 - objętość ściśle 0,1m MgSO₄ zużytego do miareczkowania 25 cm³ roztworu wersenianu dwusodowego, cm³,
- V_2 - objętość ściśle 0,1m MgSO₄ zużytego do miareczkowania badanej próbki, cm³,
- 0,01124 - ilość kadmu odpowiadająca 1 cm³ 0,1m roztworu wersenianu dwusodowego, g,
- m - odważka stearynianu kadmowego, g.

5.4.1.4. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 0,5%.

5.4.2. Oznaczanie zawartości wody

5.4.2.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć w uprzednio wysuszonym do stałej masy naczynku wagowym 2-3 g stearynianu kadmowego z dokładnością do 0,005 g i wysuszyć w suszarce w temperaturze 95 ÷ 100°C w ciągu 4 godz, następnie naczynko umieścić w eksykatorze do ostudzenia i zważyć.

Zawartość wody (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

- m_1 - masa naczynia ze stearynianem kadmowym przed suszeniem, g,
- m_2 - masa naczynia ze stearynianem kadmowym po suszeniu, g,
- m_3 - odważka stearynianu kadmowego, g.

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

5.4.3. Oznaczanie temperatury topnienia wykonać wg PN/C-04513.

5.4.4. Oznaczanie liczby kwasowej

5.4.4.1. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy 96-procentowy.
- b) Eter etylowy cz.d.a.
- c) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.
- d) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór alkoholowy 0,1n.

5.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 2 g stearynianu kadmowego z dokładnością do 0,0002 g i umieścić w kolbie pojemności 200 cm³, dodać 50 cm³ eteru etylowego i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną w ciągu 2 godz. Następnie zawartość kolby po ostudzeniu przesączyć, pozostałość na sączku przemyć dwa razy 25 cm³ eteru. Do przesączu dodać 50 cm³ zobojętnionego alkoholu etylowego i miareczkować 0,1n roztworem alkoholowym wodorotlenku potasowego, używając jako wskaźnika fenoloftaleiny.

Liczbę kwasową (X_3) obliczyć w mg KOH/g wg wzoru

$$X_3 = \frac{5,6 \cdot V}{m} \quad (3)$$

w którym:

- V - objętość roztworu alkoholowego wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m - odważka stearynianu kadmowego, g,
- 5,6 - ilość wodorotlenku potasowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu kwasu solnego, mg.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,5%.

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

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

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

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć w kolbie stożkowej pojemności 300 cm³ 5 g stearynianu kadmowego z dokładnością do 0,0004 g, rozpuścić w 50 cm³ kwasu octowego i ogrzewać do chwili wypłynięcia na wierzch stearyny. Następnie do kolby dodać 100 cm³ benzenu, całość podgrzewać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia i sączyć gorącą cieczą przez wysuszony do stałej masy tygiel z filtrem ze spiekane szkła G2, wlewając gorącą cieczą porcjami. Po przesączeniu zawartość tygla przemyć ciepłym benzenem i wysuszyć w temperaturze 105°C, a następnie zważyć. W przypadku wytrącania się na ściankach tygla białego osadu należy go rozpuścić przez przemywanie gorącym roztworem kwasu octowego. Dla przyspieszenia procesu sączenia tygiel można od czasu do czasu naciskać z góry ręką.

Zawartość części nierozpuszczalnych w 30-procentowym roztworze kwasu octowego i benzenu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2} \quad (4)$$

w którym:

- m_1 - masa osadu, g,
- m_2 - odważka stearynianu kadmowego, g.

5.4.5.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, których różnica nie przekracza 0,04%.

5.4.6. Oznaczanie przesiewu na sicie o boku oczka kwadratowego 0,3 mm. Odważyć 5 g stearynianu kadmowego z dokładnością do 0,01 g, umieścić na sicie o boku oczka kwadratowego 0,3 mm wraz z 6 kostkami z polichloru winylu (sześciiany o boku 1 cm) i siać na wytrząsarce w ciągu 15 min.

Stearynian kadmowy powinien przejść całkowicie.

5.4.7. Oznaczanie wytrzymałości cieplnej wykonać wg PN-73/C-89291 ark. 14 z tym, że próbkę do badań przygotować w następujący sposób:

- a) Skład mieszanki do badania:
 - polichlorek winylu suspensyjny (Tarwinyl) o stałej K-68 - 70 cz.wag.,
 - ftalan dwuoktylu gatunek S wg PN-71/C-88035 - 30. cz.wag.,
 - stearynian kadmowy - 2 cz.wag.
- b) Parametry wykonania folii:
 - frykcja wałków - 1 : 1,2,
 - temperatura wałków - 170 ± 5°C,
 - czas walcowania - 5 min,
 - rozstaw wałków - 1 ± 0,05 mm.

Mieszanke po wstępnym wymieszaniu walcować na dwuwalcie, a otrzymaną folię pociąć na kwadraty o boku 5 ÷ 6 mm.

5.4.8. Oznaczanie przewodnictwa właściwego wy ciągu wodnego

5.4.8.1. Przyrządy

- a) Kolby stożkowe szklane (ze szkła pyreks lub jenajskiego) pojemności 200 dm³.

- b) Zlewka pojemności 30 cm³.
c) Solomierz.

5.4.8.2. Wykonanie oznaczania. W dwóch szklanych kolbach stożkowych pojemności 200 cm³ umieścić po 100 cm³ wrzącej wody destylowanej o známym przewodnictwie i po 1 ± 0,005 g badanej próbki. Kolby zatkać i silnie wstrząsać, a następnie zawartość ich lekko gotować w ciągu 5 min. Po odstaniu w ciągu 2 godz, zlać klarowną ciecz do zlewki pojemności 50 cm³ i zmierzyć jej przewodnictwo właściwe na solomierzu w temperaturze 20°C. Równolegle należy wykonać ślepą próbę z użytą wodą destylowaną.

Przewodnictwo właściwe (X_5) w mS/cm obliczyć wg wzoru

$$X_5 = (A \cdot K) - P \quad (5)$$

w którym:

- A - odczyt na skali solomierza, mS,
 K - stała czujnika solomierza, 1 cm⁻¹,
 P - przewodnictwo właściwe ślepej próby, mS/cm.

5.4.8.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, których różnica nie przekracza 5 mS/cm.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Zakłady Tworzyw Sztucznych GAMRAT-ERG - Jasło.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6065-04

- a) Zastąpiono dotychczasową metodę oznaczania zawartości kadmu w stearynianie kadmowym, metodę analizy objętościowej.
b) Zawężono temperaturę topnienia.
c) Wprowadzono oznaczanie wytrzymałości termicznej stearynianu kadmowego.
d) Zamiast czystości przemycia wprowadzono oznaczanie przewodnictwa właściwego jako metodę krótszą.

3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek
PN/C-04513 Oznaczanie granic temperatury topnienia lub temperatury rozkładu substancji organicznych
PN-74/C-60008 Próbniki do pobierania próbek produktów bezkształtnych
PN-71/C-88035 Ftalan dwuoktylu techniczny

PN-73/C-89291 arkusz 14 Polichlorek winylu. Oznaczanie stabilności termicznej metodą czerwieni Kongo

PN-64/0-79021 System wymiarowy opakowań

PN-70/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe
Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art.27, ust.4, pkt.4 DKP/PKP Warszawa 1968/

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r. w sprawie bezpieczeństwa przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych, (Dz.U. PRL nr 34 poz.310 z dnia 17 grudnia 1971 r.)

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. (Załącznik nr 2 Dz.U. PRL nr 2, poz.9 z 1964 r.)

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych (PMN) z dnia 15 września 1968 r. (Dz.T. i K2 nr 20, poz.84 z 1968 r.)

4. Autor projektu normy - inż. Z. Lubaś, ZTS GAMRAT-ERG - Jasło.