

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Stabilizatory ołowiowe do tworzyw sztucznych	6065-03
	Stearynian ołowiawy dwuzasadowy	Zamiast BN-63 6065-03
		Grupa katalogowa X 95 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest stearynian ołowiawy dwuzasadowy, otrzymywany z reakcji stearyny z glejta ołowianą w obecności wodnych roztworów alkoholi.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Stearynian ołowiawy dwuzasadowy stosowany jest jako stabilizator w przetwórstwie tworzyw sztucznych.

1.3. Określenia. Stearynian ołowiawy dwuzasadowy jest to mieszanina dwuzasadowych soli ołowiawych kwasów tłuszczowych (głównie stearynowego i palmitynowego).

1.4. Normy i dokumenty związane

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

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

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN-71/C-88035 Ftalan dwuoktylu techniczny

PN-60/C-89063 Polichlorek winylu. Badanie wytrzymałości cieplnej metodą czerwieni Kongo

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

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 r.).

Rozporządzenie Ministrów Komunikacji i Spraw wewnętrznych z dnia 7 grudnia 1965 r. w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewożeniu materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych. Dziennik Ustaw PRL nr 54 poz. 337.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1282-231.

Rozporządzenie Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej z dnia 28 grudnia 1963 r. Załącznik nr 2. Dziennik Ustaw PRL nr 2 poz. 9.

2. OZNACZENIE

STEARYNIAN OŁOWIAWY DWUZASADOWY
BN-72/6065-03 SWW 1282-231

Dopuszcza się oznaczenie stearynianu ołowiawego dwuzasadowego produkowanego przez Zakłady Tworzyw Sztucznych „Boryszew-Erg” jako:

ERGOTERM DSO BN-72/6065-03
SWW 1282-231

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Stearynian ołowiawy dwuzasadowy powinien być białym lub lekko kremowym proszkiem, bez obcych wtrąceń widocznych nieuzbrojonym okiem.

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

Tablica 1

Wymagania	
a) Tlenku ołowiawego (PbO), %, co najmniej	54
b) Wody i substancji lotnych, %, najwyżej	1
c) Przesiew przez sito o boku oczka kwadratowego 0,105 mm	całkowity
d) Części nierozpuszczalnych w kwasie octowym i benzenie, %, najwyżej	0,15
e) Wytrzymałość cieplna w temperaturze 180°C, min, co najmniej ¹⁾ , ²⁾	60
f) Przewodnictwo elektryczne wodnego wyciągu, mikrosimensów, najwyżej ¹⁾	10
¹⁾ Oznacza się z co 15 partii. ²⁾ Dopuszczalne jest badanie wytrzymałości cieplnej w temperaturze 180°C za pomocą czerwieni Kongo. W przypadkach analizy rozjemczej obowiązuje metoda pehametryczna.	

Zjednoczenie Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg”

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Tworzyw Sztucznych „Erg”
dnia 18 października 1972 r.

jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 lipca 1973 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1973 poz. 2)

4. PAKOWANIE, PRZECHEWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Stearynian ołowiawy dwuzasadowy należy dostarczać w workach papierowych, otwartych klejonych, trzywarstwowych z wkładką wodoodporną zgodnie z PN-70/P-79005 w ilości 30 do 50 kg, o wymiarach $1100 \times 600 \times 220$ mm wg PN-68/O-79027. Wewnątrz worka papierowego należy umieścić worek z folii polichlorowinyłowej.

Dopuszczalny jest inny sposób i rodzaj opakowania po uzgodnieniu przez zainteresowane strony.

Na każdym opakowaniu należy umieścić etykietę zawierającą:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- datę produkcji,
- nr partii,
- masę brutto i netto,
- znak KJ,
- informację „Ostrożnie — środek szkodliwy” (zgodnie z Dz. U. nr 2/64).

4.2. Przechowywanie. Stearynian ołowiawy dwuzasadowy należy przechowywać w suchym i przewiewnym pomieszczeniu. Dla uniknięcia zbrylania się produktu worki należy ustawiać w miarę możliwości w pozycji pionowej w jednej warstwie.

4.3. Transport. Stearynian ołowiawy dwuzasadowy przewozić można wszystkimi środkami transportowymi zabezpieczającymi przed opadami atmosferycznymi.

Ładowanie środka transportu i zabezpieczenie opakowań z produktem powinno być zgodne z przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 p. 4 DKP § 2 i 4.

Podczas transportu należy zachować środki ostrożności obowiązujące dla materiałów trujących zgodnie z Rozporządzeniem Ministrów Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 7 grudnia 1965 r. w sprawie bezpieczeństwa i ruchu przy przewozie materiałów niebezpiecznych na drogach publicznych. Dziennik Ustaw PRL nr 54 poz. 337.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Za partię stearynianu ołowiawego dwuzasadowego należy uważać jednorodny produkt w ilości do 2000 kg.

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek stosować wytyczne wg PN-67/C-04500 rozdz. 2, 3, 4 i 5 (postanowienia odnoszące się do produktów sypkich).

Z partii produktu podlegającego sprawdzeniu wybrać w sposób losowy na ślepo liczbę opakowań do pobierania 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	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne, każdą o masie co najmniej 200 g. Próbkę pobierać z różnych poziomów opakowania, zgłębnikiem wg PN/C-60010, czerpakiem lub rurą szklaną zastępującą zgłębnik.

Średnią próbkę laboratoryjną należy przygotować wg PN-67/C-04500 p. 5.7.2, umieszczając ją w czystym, suchym słoiku. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna być nie mniejsza niż 500 g.

Próbkę do analizy rozjemczej przechowywać w ciągu 3 miesięcy. Wybór laboratorium rozjemczego powinien być uzgodniony między producentem i odbiorcą.

Opakowania z próbkami należy zaopatrzyć w etykietę zawierającą:

- nazwę zakładu,
- nazwę produktu,
- nr partii,
- datę pobrania próbki i znak KJ.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie tlenku ołowiawego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,1m otrzymany przez rozpuszczenie w wodzie 37,21 g wersenianu dwusodowego cz.d.a. w kolbie pomiarowej i uzupełnienie do 1 l.

b) Siarczan cynku cz.d.a., roztwór 0,1m otrzymany przez rozpuszczenie na łaźni wodnej 6,5380 g cynku metalicznego cz.d.a. w 100 ml kwasu siarkowego, w kolbie pomiarowej i uzupełnienie do 1 l.

c) Roztwór buforowy o pH 10 otrzymany przez rozpuszczenie 54 g chlorku amonowego w 200 ml wody, dodanie 250 ml 25-procentowego amoniaku i uzupełnienie do 1 l.

d) Wskaźnik: 0,1 g czerni eriochromowej rozetrzeć dokładnie z 20 g chlorku sodowego cz.d.a.

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

5.3.1.2. Ustalanie miana wersenianu dwusodowego. Miano wersenianu dwusodowego sprawdzić na wzorcowym roztworze siarczanu cynku (5.3.1.1b) w następujący sposób: odmierzyć z biurety 25 ml roztworu wersenianu dwusodowego, dodać 20 ml roztworu buforowego (5.3.1.1c) nieco wskaźnika (5.3.1.1d) i miareczkować 0,1m roztworem siarczanu cynku do zmiany barwy z niebieskiej na różową.

5.3.1.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć z dokładnością do 0,0002 g 0,5 g stearynianu ołowiu. Do odważonego stearynianu odmierzyć z biurety 25 ml wersenianu dwusodowego i 2 ml kwasu octowego. Kolbę wraz z zawartością ogrzewać na łaźni wodnej do momentu wypłynięcia kwasu stearynowego. Po oziębieniu roztworu dodać 20 ml roztworu buforowego, nieco mieszaniny wskaźnika (na końcu łopatką) i odmiareczkować nadmiar wersenianu dwusodowego, roztworem siarczanu cynku do zmiany barwy z niebieskiej na różową.

Tlenek ołowiu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,022321 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość 0,1m siarczanu cynku zużytego do zmiareczkowania 25 ml roztworu wersenianu dwusodowego, ml,

V_2 — objętość 0,1m siarczanu cynku zużytego do zmiareczkowania nadmiaru wersenianu dwusodowego, ml,

0,022321 — ilość PbO odpowiadająca 1 ml 0,1m roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m — odważka stearynianu ołowiawego dwuzasadowego, g.

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

5.3.2. Oznaczanie wody i substancji lotnych

5.3.2.1. Wykonanie oznaczania. Odważyć w uprzednio wysuszonym naczyniu wagowym z dokładnością do 0,0002 g około 2 g stearynianu i suszyć w suszarce w temperaturze $80 \pm 5^\circ\text{C}$ w ciągu 24 godz.

Zawartość wody i substancji lotnych (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

m_1 — masa naczynia ze stearynianem przed suszeniem, g,

m_2 — masa naczynia ze stearynianem po suszeniu, g,

m — odważka stearynianu, g.

5.3.2.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 0,1%.

5.3.3. Oznaczanie pozostałości po przesiewie należy wykonać wg PN-71/C-04501. Wielkość próbki do jednej analizy ustala się na około 2 g, próbkę po zważeniu należy zwilżyć alkoholem etylowym, używając go w takiej ilości aby na 1 g próbki przypadało około 2 ml alkoholu.

5.3.4. Oznaczanie części nierozpuszczalnych w kwasie octowym i benzenie

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Benzen cz.d.a.

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

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć w kolbie stożkowej około 5 g stearynianu i rozpuścić w 50 ml kwasu octowego aż do momentu wypłynięcia na powierzchnię kwasu stearynowego. Następnie do kolby dodać 100 ml benzenu, całość podgrzewać na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną do chwili całkowitego rozpuszczenia się i sączyć gorącą ciecz przez wysuszony do stałej masy tygiel G2. Po przesączeniu tygiel wypłukać ciepłym benzenem, a następnie wysuszyć w temperaturze 100°C i zważyć. Gdy na ściankach tygla wykryje białą osad, tygiel dodatkowo przepłukać gorącym kwasem octowym aż do rozpuszczenia.

Części nierozpuszczalne (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

a — masa osadu, g,

m — odważka stearynianu ołowiawego dwuzasadowego, g.

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

5.3.5. Oznaczanie wytrzymałości cieplnej w temperaturze 180°C metodą pehametryczną

5.3.5.1. Zasada oznaczania. Zasada oznaczania polega na ogrzewaniu próbki badanego materiału w strumieniu gazu nośnego. Wydzielające się gazy pochłaniane są za pomocą 0,1n roztworu chlorku potasu cz.d.a. o pH $6^{+0,3}$. Zmiany pH roztworu mierzy się za pomocą pehametru przy użyciu elektrod szklanej i kalomelowej.

5.3.5.2. Wykonanie folii do badania wytrzymałości cieplnej

a) Skład mieszanki do badania:

Polichlorek winylu suspensyjny (Tarwinył) o stałej K-68 — 70 cz. wag.

Ftalan dwuoktylu gatunek S wg PN-71/C-88035 — 30 cz. wag.

Stearynian ołowiawy dwuzasadowy — 2 cz. wag.

b) Parametry wykonania folii:

Frykcja wałów — 1 : 1,2

Temperatura wałów — $170 \pm 5^\circ\text{C}$

Czas walcowania — 5 min

Rozstaw wałów — $1 \pm 0,05$ mm

Mieszanke po wstępnym wymieszaniu walcuje się na folię na dwuwalcarce z ogrzewanymi wałami. Folię tną się na granulaty o powierzchni $5 \div 6$ mm².

5.3.5.3. Aparatura. Zestaw do pomiaru wytrzymałości cieplnej składa się z następujących części:

a) Łaźnia (termostatu) zawierająca medium grzejne, zaopatrzona w mieszadło, termometr kontaktowy i zwykły. W łaźni umieszcza się znormalizowaną probówkę pomiarową o średnicy wewnętrznej 18 mm i wysokości 180 mm. Probówka powinna być zamknięta korkiem na szlif z dwiema szklanymi rurkami, z których dłuższa sięga do około 15 mm nad granulaty i jest połączona węzłem teflonowym lub polietylenowym z płuczkami absorpcyjnymi: CO₂ (NaOH lub KOH) i H₂O (P₂O₅) lub żel krzemionkowy, krótsza natomiast połączona jest za pomocą identycznego węzła z rurką szklaną umieszczoną w celce pomiarowej.

Probówka pomiarowa powinna być zanurzona w łaźni na głębokość co najmniej 50 mm.

b) Celka pomiarowa, którą stanowi probówka lub zlewka pojemności około 150 ml, do której wlewa się 60 ml 0,1n roztworu chlorku potasu (roztwór absorbujący chlorowodór). Probówka zamknięta jest szczelnie gumowym korkiem (konieczne jest dodatkowe uszczelnienie korka, np. plasteliną), w którym umieszczone są dwie szklane rurki, z których jedna sięga prawie do dna probówki i połączona jest z probówką pomiarową za pomocą węzła teflonowego, druga natomiast nie sięga powierzchni roztworu absorpcyjnego i jest połączona przez licznik gazu (fleometr lub manometr ze zwężką) z próżnią.

Gaz nośny — powietrze z otoczenia.

Szybkość przepływu $6 \div 8$ l/godz.

W korku umieszczone są również elektrody: szklana i kalomelowa połączone za pomocą ekranowanych przewodów z pehametrem.

5.3.5.4. Wykonanie oznaczania. Do probówki pomiarowej odważyć z dokładnością do 0,0002 g około 1 g granulatu z folii przygotowanej wg 5.3.5.2. Probówkę zamknąć korkiem z wymontowanymi rurkami szklanymi umieścić w łaźni, połączyć z celką

miarową i płuczkami. Podczas ogrzewania w temperaturze $180 \pm 2^\circ\text{C}$ przez probówkę, w której znajduje się granulaty należy przepuszczać strumień gazu nośnego. Odczyn roztworu absorpcyjnego należy mierzyć w 5-minutowych odstępach czasu — począwszy od chwili zanurzenia probówki do kąpielii ogrzewającej aż do momentu gdy osiągnie się wartość pH = 3,8. Wartość pH roztworu absorpcyjnego należy notować również co 5 min. W ten sposób otrzymuje się krzywą zależności pH od czasu.

5.3.5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć czas liczony od początku badania, tzn. zanurzenia probówki w łaźni o temperaturze 180°C , do momentu stwierdzenia zmiany pH na 3,8.

5.3.6. Oznaczanie wytrzymałości cieplnej metodą czerwieni Kongo należy wykonać wg PN-60/C-89063. Folię do badania przygotować wg 5.3.5.2.

5.3.7. Oznaczanie przewodnictwa elektrycznego wyciągu wodnego

5.3.7.1. Wykonanie oznaczania. Do dwóch zlewek pojemności 250 ml wlać po 100 ml wrzącej wody destylowanej o przewodnictwie poniżej 5 mikrosimensów. Dodać 1 g stearynianu ołowiawego dwuzasadowego odważonego z dokładnością do 0,0005 g. Zlewki przykryć szkiełkiem zegarkowym i zawartość ich lekko ogrzewać do momentu wrzenia. Lekkie wrzenie utrzymywać w ciągu 5 min. Następnie zawartość zlewek ochłodzić i po opadnięciu osadu zlać klarowną ciecz do zlewek o pojemności 50 ml i zmierzyć na mierniku przewodności (typ MP-2) oporność roztworu w temperaturze 20°C . Równolegle wykonać ślepą próbę używając wody destylowanej. Różnica między wartością przewodnictwa roztworu badanego i w ślepej próbie stanowi poszukiwaną wartość przewodnictwa roztworu w mikrosimensach.

Przewodnictwo elektryczne (X_3) obliczyć w mikrosimensach wg wzoru

$$X_3 = a \cdot z \cdot c \quad (4)$$

w którym:

a — odczyt ze skali przyrządu,

z — zakres pomiarowy,

c — stała czujnika.

5.3.7.2. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się najwyżej o 10%.

5.4. Ocena wyników badań. Partię stearynianu ołowiawego dwuzasadowego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wszystkie badania przeprowadzone wg 5.3 dadzą wynik dodatni.

W przypadku gdyby wynik chociażby jednego badania był ujemny należy badanie to powtórzyć przy użyciu próbki z podwójnej liczby opakowań. Jeżeli wyniki powtórnych badań będą ujemne partię stearynianu ołowiawego dwuzasadowego należy uznać za niezgodną z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6065-03

Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6065-03

- a) podwyższono procentową zawartość tlenku ołowiawego,
- b) zmieniono metodę badania wytrzymałości cieplnej, podwyższając wymagania,
- c) wprowadzono wymaganie dotyczące przewodnictwa elektrycznego wyciągu wodnego.