

|                                    |                                  |                          |
|------------------------------------|----------------------------------|--------------------------|
| WYROBY<br>PRZEMYSŁU<br>CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA                   | BN-81                    |
|                                    | Stearynian glinowy<br>techniczny | 6069-01                  |
|                                    |                                  | Zamiast<br>BN-64/6069-01 |
|                                    |                                  | Grupa katalogowa 1095    |

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest stearynian glinowy techniczny, otrzymywany w wyniku działania roztworu siarczanu glinowego na sól sodową stearyny.

Produkt ten jest mieszaniną soli glinowych kwasów: stearynowego, palmitynowego i oleinowego.

Stearynian glinowy stosowany jest jako: zagęszczacz benzyn, składnik mieszanek obniżających napięcie powierzchniowe, stabilizator temperatury do smarów. Znajduje również zastosowanie w przemyśle farb i lakierów.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Rodzaje.** W zależności od przeznaczenia rozróżnia się dwa rodzaje stearynianu glinowego technicznego, oznaczone literami:

A — stosowany jako składnik mieszanek obniżających napięcie powierzchniowe,

B — stosowany jako zagęszczacz benzyn, stabilizator temperatury do smarów i w przemyśle farb i lakierów.

**2.2. Przykład oznaczania** stearynianu glinowego technicznego rodzaju A:

STEARYNIAN GLINOWY TECHNICZNY A  
BN-81/6069-01

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Stearynian glinowy techniczny powinien być białym lub lekko kremowym bepostaciowym proszkiem, bez widocznych zanieczyszczeń mechanicznych.

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

Tablica 1

| Wymagania                                                                              | Rodzaje             |                     |
|----------------------------------------------------------------------------------------|---------------------|---------------------|
|                                                                                        | A                   | B                   |
| a) Tlenku glinowego ( $Al_2O_3$ ), %, nie mniej niż                                    | 6,5                 | 7,0                 |
| b) Liczba kwasowa, mg KOH/g, nie więcej niż                                            | 30,0                | 50,0                |
| c) Popiołu, %, nie więcej niż                                                          | 10,0                | 12,0                |
| d) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż                                       | 0,5                 | 0,5                 |
| e) Wilgoci, %, nie więcej niż                                                          | 1,5                 | 1,5                 |
| f) Części nierozpuszczalnych w mieszaninie kwasu octowego i toluenu, %, nie więcej niż | 0,2                 | 0,2                 |
| g) Przesiew przez sito o boku oczka kwadratowego 0,25 mm                               | całkowity wg 5.4.9  | całkowity wg 5.4.9  |
| h) Odczyn wyciągu wodnego                                                              | nie normalizuje się | nie normalizuje się |
| i) Zdolność tworzenia żelu, S, nie mniej niż                                           | nie normalizuje się | 5                   |

## 4. PAKOWANIE, PRZECCHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Stearynian glinowy techniczny należy pakować po 20 kg w worki papierowe 4-warstwowe wg PN-76/P-79005, o wymiarach wg PN-68/O-79027, zamykane przez zszywanie.

Dopuszcza się inny rodzaj opakowania, po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą.

Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-76/O-79252, w sposób widoczny, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- numer partii,
- datę produkcji,
- masę brutto i netto.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego ORGANIKA dnia 14 lipca 1981 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1982 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 21/1981 poz. 84)

**4.2. Formowanie jednostek ładunkowych.** W przypadku stosowania paletyzacji, jednostki ładunkowe powinny być formowane na paletach o wymiarach  $800 \times 1200$  wg PN-75/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przemieszczaniem się i deformacją.

**4.3. Przechowywanie.** Stearynian glinowy techniczny należy przechowywać w pomieszczeniach suchych i przewiewnych. Stearynian glinowy techniczny, opakowany wg 4.1 i przechowywany wg 4.3, zachowuje własności użytkowe przez 2 lata.

**4.4. Transport.** Stearynian glinowy techniczny można przewozić dowolnymi środkami transportu. Przy przewozie koleją należy produkt ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając równocześnie przed przemieszczaniem się w czasie transportu w sposób zgodny z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

W transporcie samochodowym należy produkt ładować zgodnie z Instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości tlenku glinowego (3.2a),
- oznaczanie liczby kwasowej (3.2b),
- oznaczanie zawartości popiołu (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości wilgoci (3.2e),
- oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w mieszaninie kwasu octowego i toluenu (3.2f),
- oznaczanie przesiewu (3.2g),
- oznaczanie odczynu wyciągu wodnego (3.2h),
- oznaczanie zdolności tworzenia żelu (3.2i).

**5.2. Wielkość partii.** Partię stearynianu glinowego technicznego stanowi najwyżej 2500 kg produktu.

**5.3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej** — wg PN-67/C-04500. Próbkę należy pobierać z opakowań wytypowanych losowo w liczbie podanej w 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 ÷ 64                  | 12                                                      |
| 65 ÷ 160                 | 14                                                      |

Z każdego wybranego opakowania należy pobrać z całej warstwy produktu, próbnikiem nr 14 ÷ 16 wg PN-74/C-60008, taką liczbę próbek, aby po sporządzeniu próbki ogólnej i wymieszaniu jej można było wydzielić średnią próbkę laboratoryjną o masie 500 g. Próbkę tę podzielić na dwie równe części. Jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analiz rozjemczych, w warunkach zabezpieczających produkt przed zmianą własności fizycznych i chemicznych przez 3 miesiące.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzanie wymagań ogólnych** należy wykonać wizualnie.

#### 5.4.2. Oznaczanie zawartości tlenku glinowego

##### 5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. i roztwór 1:1.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- Wersenian sodowy cz.d.a., roztwór 0,05M, przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4ż).
- Roztwór buforowy: 500 g octanu amonowego cz.d.a. i 30 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego cz.d.a. rozpuścić w wodzie i uzupełnić objętość do 1 dm<sup>3</sup>.
- Octan cynkowy cz.d.a., roztwór 0,025M. 1,6345 g cynku metalicznego cz.d.a. rozpuścić w 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego (1:1), dodając kilka kropli kwasu azotowego stężonego w celu przyspieszenia procesu rozpuszczenia. Do roztworu dodać 100 cm<sup>3</sup> wody, 12,5 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup> i uzupełnić wodą.
- Fenoloftaleina cz.d.a., roztwór alkoholowy 0,1-procentowy, przygotowany wg PN-76/C-06501 p. 2.2.16.
- Oranż ksylenolowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy, trwały w ciągu 14 dni od daty przygotowania.

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczania.** 0,5000 g badanego stearynianu glinowego technicznego umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 2 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu solnego i rozpuścić ostrożnie podgrzewając. Dodać 50 cm<sup>3</sup> wody i ponownie ogrzać do wypłynięcia stearyny. Ostudzić, dodać 25 cm<sup>3</sup> roztworu wersenianu sodowego, 3 krople roztworu fenoloftaleiny, 1,5 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego do pojawienia się różowego zabarwienia. Następnie dodać, małymi porcjami, roztwór kwasu solnego do zaniku różowego zabarwienia. Dodać 15 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego i gotować 3 min.

Ostudzić i nadmiar wersenianu sodowego odmiareczkować roztworem octanu cynkowego wobec oranżu ksylenolowego. Równolegle należy wykonać ślepą próbę.



Zawartość tlenku glinowego ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,001275 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość ściśle 0,025M roztworu octanu cynkowego zużytego do miareczkowania ślepej próby,  $\text{cm}^3$ ,

$V_1$  — objętość ściśle 0,025M roztworu octanu cynkowego zużytego do miareczkowania próbki badanej,  $\text{cm}^3$ ,

$m$  — odważka badanego stearynianu glinowego, g,

0,001275 — ilość tlenku glinowego odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  ściśle 0,025M roztworu octanu cynkowego, g.

**5.4.2.3. Wynik.** Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1 %.

#### 5.4.3. Oznaczanie liczby kwasowej

##### 5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a., roztwór 96-procentowy zubożony wobec fenoloftaleiny 0,1M roztworem wodorotlenku sodowego.

b) Eter etylowy cz.d.a.

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

d) Wodorotlenek potasowy cz.d.a., roztwór 0,1M.

**5.4.3.2. Wykonanie oznaczania.** 2,0000 g badanego stearynianu glinowego gotować z 50  $\text{cm}^3$  eteru etylowego pod chłodnicą zwrotną, na łaźni wodnej w ciągu 2h. Po ostudzeniu przesączyć, a osad przemyć dwukrotnie eterem etylowym, porcjami po 25  $\text{cm}^3$ . Do połączonych przesączyć dodać 50  $\text{cm}^3$  alkoholu etylowego i miareczkować wobec fenoloftaleiny, roztworem wodorotlenku potasowego do zmiany barwy na różową, nie znikającą w ciągu 15 s.

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

$$X_2 = \frac{5,611 \cdot V_2}{m} \quad (2)$$

w którym:

$V_2$  — objętość ściśle 0,1M roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,

$m$  — odważka badanego stearynianu glinowego, g,

5,611 — liczba mg wodorotlenku potasowego zawarta w 1  $\text{cm}^3$  0,1M roztworu, mg.

**5.4.3.3. Wynik.** Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co naj-

mniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5 mg KOH/g.

**5.4.4. Oznaczanie zawartości popiołu.** 1,0000 g badanego stearynianu glinowego odważyć w wyprazonym do stałej masy tyglu porcelanowym i ogrzewać ostrożnie małym płomieniem na siatce azbestowej. Następnie prażyć do stałej masy w piecu mufowym w temperaturze 600 °C.

Zawartość popiołu ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

$m_1$  — masa pozostałości po prażeniu, g,

$m$  — odważka badanego stearynianu glinowego, g.

Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1 %.

#### 5.4.5. Oznaczanie zawartości siarczanów

##### 5.4.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 0,05M.

b) Chlorek magnezowy cz.d.a., roztwór 0,05M.

c) Czern eriochromowa: 0,25 g czerni eriochromowej rozetrzeć w moździerzu z 25 g chlorku sodowego.

d) Kwas solny cz.d.a.

e) Roztwór buforowy: 67,5 g chlorku amonowego cz.d.a. rozpuścić w 570  $\text{cm}^3$  wody amoniakalnej 25-procentowej i uzupełnić wodą do 1  $\text{dm}^3$ .

f) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05M przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4ż).

**5.4.5.2. Wykonanie oznaczania.** 5,0000 g badanego stearynianu glinowego i 70  $\text{cm}^3$  wody ogrzać do temperatury 70 °C, często mieszając. Zawartość ostudzić, przesączyć i ponownie ogrzać z 50  $\text{cm}^3$  wody do temperatury 70 °C. Połączone przesącze zakwasić 2 ÷ 3 kroplami kwasu solnego, dodać 20  $\text{cm}^3$  roztworu chlorku barowego i ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej w ciągu 30 min. Po ostudzeniu przesączyć przez sączelek ilościowy twardy, przemywając kilkakrotnie wodą. Do przesącza dodać 25  $\text{cm}^3$  roztworu wersenianu sodowego, 10  $\text{cm}^3$  roztworu buforowego i odmiareczkować nadmiar roztworu wersenianu sodowego roztworem chlorku magnezowego wobec czerni eriochromowej. Miareczkowanie należy prowadzić do zmiany barwy z ciemnoniebieskiej na fioletową.

Równolegle należy wykonać ślepą próbę.

Zawartość siarczanów ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 0,0048 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

$V_3$  — objętość ściśle 0,05M roztworu chlorku magnezowego zużytego do miareczkowania próbki badanej,  $\text{cm}^3$ ,

$V_4$  — objętość ściśle 0,05M roztworu chlorku magnezowego zużytego do miareczkowania próby ślepej,  $\text{cm}^3$ ,

$m$  — odważka badanego stearynianu glinowego, g,

0,0048 — ilość siarczanów odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  0,05M roztworu wersenianu sodowego, g.

**5.4.5.3. Wynik.** Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1 %.

**5.4.6. Oznaczanie zawartości wilgoci.** 1,5000 g ÷ 2,0000 g badanego stearynianu glinowego umieścić w naczynku wagowym i suszyć w temperaturze 80 °C przez 2 h.

Zawartość wilgoci ( $X_5$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{m_2 \cdot 100}{m} \quad (5)$$

w którym:

$m_2$  — masa badanego stearynianu glinowego po wysuszeniu, g,

$m$  — odważka badanego stearynianu glinowego, g.

Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1 %.

**5.4.7. Oznaczanie zawartości części nierozpuszczalnych w mieszaninie kwasu octowego i toluenu**

**5.4.7.1. Odczynniki i roztwory**

a) Toluen cz.d.a.

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

c) Mieszanina toluenu i roztworu kwasu octowego w stosunku objętościowym 1:1.

**5.4.7.2. Wykonanie oznaczania.** W zlewce pojemności 250  $\text{cm}^3$  umieścić 1,0000 g badanego stearynianu glinowego, 70  $\text{cm}^3$  toluenu i ogrzewać na łaźni wodnej do rozpuszczenia się stearynianu glinowego. Roztwór przesączyć przez tygiel szklany z filtrem G2, uprzednio wysuszony do stałej masy. Zlewkę przepłukać 30  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu octowego o temperaturze 70 °C, przesączyć i ponownie popłukać 50  $\text{cm}^3$  mieszaniny toluenu i roztworu kwasu octowego o temperaturze 70 °C i przelać przez tygiel z osadem, równocześnie przepłukując je. Tygiel z osadem należy suszyć w temperaturze 100 °C do stałej masy.

Zawartość części nierozpuszczalnych ( $X_6$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_3 \cdot 100}{m} \quad (6)$$

w którym:

$m_3$  — masa osadu na tyglu po wysuszeniu, g,

$m$  — odważka badanego stearynianu glinowego, g.

**5.4.7.3. Wynik.** Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,04 %.

**5.4.8. Oznaczanie przesiewu**

**5.4.8.1. Przyrządy**

a) Wstrząsarka laboratoryjna.

b) Sito metalowe o boku oczka kwadratowego 0,25 mm.

c) Sześć kostek polichlorku winylu (sześciiany o boku 1 cm).

d) Pędzel włosiany.

**5.4.8.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego stearynianu glinowego umieścić na sicie z sześcioma kostkami polichlorku winylu i przesiewać najwyżej w ciągu 30 min na wstrząsarce mechanicznej. Pozostały na sicie stearynian glinowy przesiać pędzlem w czasie nie dłuższym niż 15 min. Przesiew powinien być całkowity.

**5.4.9. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego**

**5.4.9.1. Roztwory**

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

b) Oranż metylowy cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

**5.4.9.2. Wykonanie oznaczania.** 5,000 g badanego stearynianu glinowego wytrząsać na wstrząsarce laboratoryjnej w ciągu 5 min z 50  $\text{cm}^3$  wody destylowanej o temperaturze 70 ÷ 75 °C. Następnie ostudzić i przesączyć. Przesącz podzielić na dwie części. Do jednej części dodać 2 ÷ 5 kropli roztworu fenoloftaleiny; roztwór nie powinien zmieniać zabarwienia. Do drugiej części dodać 2 ÷ 5 kropli roztworu oranżu metylowego. Roztwór nie powinien się zabarwić na kolor różowy.

**5.4.10. Oznaczanie zdolności tworzenia żelu**

**5.4.10.1. Odczynniki.** Toluen cz.d.a.

**5.4.10.2. Wykonanie oznaczania.** W 4 kolbach stożkowych pojemności 300  $\text{cm}^3$  umieścić po 9,00 g badanego stearynianu glinowego, dodać 91,00 g toluenu i mieszać aż do całkowitego rozpuszczenia się stearynianu glinowego. Kolby nakryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej o temperaturze 90 °C, umieszczając je tak, aby zawartość kolb była zanurzona w wodzie. W czasie ogrzewania co 2 ÷ 3 min roztwory należy mieszać pręcikiem szklanym. Pierwszą kolbę



należy wyjąć z łaźni po 5, drugą po 10, trzecią po 20, a czwartą po 40 min ogrzewania. Przez 3 h od momentu wyjęcia kolb z łaźni należy je pozostawić w temperaturze pokojowej.

Utworzony żel należy sprawdzić w następujący sposób: przytrzymując szkiełko, kolbę należy szybkim ruchem odwrócić pionowo do góry dnem, włączyć stoper i określić czas, który upłynie od momentu zetknięcia się żelu ze szkiełkiem.

Wynik badania należy uznać za pozytywny, jeżeli przynajmniej jedna próba odpowiada wymaganiu podanemu w 3.2i).

**5.4.11. Zaokrąglanie i zapisywanie wyników.** Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 3.3.2.

**5.4.12. Zaświadczenie o wynikach badań.** Do każdej partii wysyłanego produktu wytwórca obowiązany jest dołączyć zaświadczenie stwierdzające zgodność z wymaganiami normy.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON, Łódź.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-64/6069-01**

a) zmieniono metody oznaczania tlenku glinowego, siarczanów, części nierozpuszczalnych w mieszaninie toluenu i kwasu octowego,

b) wprowadzono do normy dwa rodzaje stearynianu glinowego A i B,

c) wyeliminowano oznaczanie temperatury topnienia.

**3. Normy i dokumenty związane**

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

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-76/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników i roztworów buforowych

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

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe

czterowiejsiowe bez skrzydeł drewnianych 800×1200-EUR

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

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

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe.

Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

Przepisy o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do DKP (Dz. TiZK z 1968 r., nr 4, poz. 10) wraz z późniejszymi zmianami

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. (Mon. Pol. nr 23, poz. 123)

**4. Normy zagraniczne**

NRD TGL 12708/02 Metallstearate. Aluminium-stearat

**5. Symbol wyrobu wg SWW** — 1282-290.

**6. Autor projektu normy** — mgr Barbara Gluszek — Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ARGON, Łódź.