wycof. 8.04.97
N 6/97

zastąp PN-C-88002 1997

UKD 547 491 678 664

PÓŁPRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA Izocyjaniany **Izocyn T-80**	**BN-81** **6026-76** Grupa katalogowa 1021

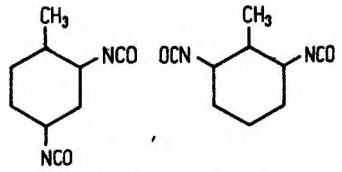
1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest Izocyn T-80 otrzymywany przez fosgenowanie toluilenodwuaminy

Izocyn T-80 stanowi mieszaninę izomerów 2,4- i 2,6-dwuizocyjanianotoluenu Dwuizocyjanianotoluen ma

a) wzór sumaryczny $C_9H_6N_2O_2$

b) wzór budowy



2 4-dwuizocyjanianotoluen 2,6-dwuizocyjanianotoluen

c) masę cząsteczkową. 174,16 (1973 r),

d) inne nazwy Toluenodwuizocyjanian, 1-metylofenylodwuizocyjanian, 1-metylobenzenodwuizocyjanian, TDI

e) klasę niebezpieczeństwa IIIa i IVa

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Izocyn T-80 stosuje się głównie do produkcji pianek poliuretanowych oraz elastomerów poliuretanowych

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. Rozróżnia się dwa gatunki Izocynu T-80 specjalny i I

2.2. Przykład oznaczenia Izocynu T-80 gatunku I

IZOCYN T-80 I BN-81/6026-76

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Izocyn T-80 powinien być cieczą bezbarwną, klarowną

3.2. Wymagania fizykochemiczne - wg tabl 1

Tablica 1

Wymagania	Gatunek	
	specjalny	I
a) Dwuizocyjanianotoluenu, %, nie mniej niż	99,7	99,7
b) 2,4-dwuizocyjanianotoluenu, %	78 ÷ 80	78 ÷ 80
c) Chloru całkowitego, %, nie więcej niż	0,06	0,1
d) Chloru hydrolizującego, %, nie więcej niż	0,007	0,007
e) Kwasowość w przeliczeniu na HCl, %, nie więcej niż	0,004	0,004
f) Dimerów dwuizocyjanianotoluenu, %, nie więcej niż[1]	0,3	-
g) Barwa w skali Pt/Co, stopnie, najwyżej	20	20

[1] Oznacza się na żądanie odbiorcy

3.3. Okres trwałości. Izocyn T-80 przechowywany w warunkach wg 4 3 zachowuje swoje własności w ciągu 6 miesięcy, licząc od daty wyprodukowania.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Izocyn T-80 należy pakować do czystych i szczelnych bębnów ocynkowanych pojemności 200 dm^3 wg BN-76/5046-02 lub BN-76/5046-01

Znakowanie należy wykonać wg PN-76/O-79252, umieszczając na każdym opakowaniu napis zawierający co najmniej

a) nazwę lub znak wytwórcy,

b) oznaczenie wg rozdz 2,

c) numer partii,

d) datę produkcji,

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Organicznego ORGANIKA
Ustanowiona przez Naczelnego 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)

e) masę brutto i netto,

f) okres gwarancji,

g) znaki niebezpieczeństwa wg PN-76/O-79252 p 2, 3 4 i 2 3 9

4, 2. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach wg PN-75/M-78216

Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją

4, 3. Przechowywanie. Izocyn T-80 należy przechowywać w szczelnych opakowaniach wg 4 1 w pomieszczeniach suchych, w temperaturze najwyżej 35 °C lub w zbiornikach magazynowych w atmosferze azotu lub powietrza o wilgotności najwyżej 0, 003 %

Izocyn T-80 przechowywany w temperaturze niższej niż 15 °C krzepnie Aby doprowadzić Izocyn T-80 do stanu ciekłego, należy go podgrzać i wymieszać

4, 4. Transport. Izocyn T-80 należy przewozić cysternami samochodowymi lub kontenerami dostosowanymi do przewozu izocyjanianów

Izocyn T-80 w opakowaniu wg 4 1 należy przewozić dowolnymi krytymi środkami transportu

Bębny układać w pozycji stojącej ściśle obok siebie, w dwóch warstwach, na całej powierzchni środka przewozowego i zabezpieczyć przed przemieszczaniem się w czasie transportu

Przewozić należy zgodnie z aktualnymi przepisami w komunikacji krajowej i międzynarodowej [1])

5. BADANIA

5, 1. Rodzaje badań

a) sprawdzanie wyglądu zewnętrznego (3 1),

b) oznaczanie zawartości dwuizocyjanianotoluenu (3 2a),

c) oznaczanie zawartości 2, 4-dwuizocyjanianotoluenu (3 2b)

d) oznaczanie zawartości chloru całkowitego (3 2c),

e) oznaczanie zawartości chloru hydrolizującego (3 2d),

f) oznaczanie kwasowości (3 2e),

g) oznaczanie zawartości dimerów dwuizocyjanianotoluenu (3 2f),

h) oznaczanie barwy w skali PT/Co (3 2g)

5, 2. Wielkość partii Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny, kontenera lub najwyżej 400 bębnów napełnionych Izocynem T-80 z jednego zbiornika magazynowego

5, 3. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej - wg PN-67/C-04500

Próbki u producenta należy pobierać ze zbiornika magazynowego, z którego są napełniane opakowania transportowe lub z opakowań transportowych w trakcie ich napełniania

Próbki u odbiorcy w przypadku dostaw w cysternach lub kontenerach należy pobierać za pomocą próbnika na linii wytłoczonej w czasie rozładunku cysterny lub kontenera, a w przypadku dostaw w bębnach należy wybrać w sposób losowy do pobrania próbek liczbę opakowań wg tabl 2

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobrania próbek
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
251 ÷ 400	16

Z każdej cysterny, kontenera czy losowo wybranych opakowań należy pobrać co najmniej dwie próbki pierwotne, posługując się próbnikiem nr 1 ÷ 7 wg PN-74/C-60008

Z próbek pierwotnych przygotować średnią próbkę laboratoryjną o masie około 250 g Średnią próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części, z ktorych jedną przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej

5, 4. Opis badań

5 4, 1. Sprawdzanie wyglądu zewnętrznego wykonać wizualnie

5 4 2. Oznaczanie zawartości dwuizocyjanianotoluenu

5 4 2 1 Zasada metody Oznaczanie polega na reakcji dwuizocyjanianotoluenu z dwu-*n*-butyloaminą z utworzeniem mocznika i odmiareczkowaniu nadmiaru aminy roztworem kwasu solnego

5, 4, 2, 2. Odczynniki i roztwory

a) Błękit bromofenolowy, roztwór metanolowy 0, 5-procentowy

b) Dwu-*n*-butyloamina, roztwór 0, 2N w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm^3 odważyć 25 g dwu-*n*-butyloaminy cz i rozcieńczyć chlorobenzenem lub toluenem cz d a do objętości 1000 cm^3

c) Kwas solny, roztwór 0, 2N

d) Metanol cz

5, 4, 2, 3. Wykonanie oznaczania Do kolby pojemności 300 cm^3 odmierzyć 25, 0 cm^3 roztworu dwu-*n*-butyloaminy Odważyć w pipetce wagowej około 0, 2 g Izocynu T-80 z dokładnością do 0, 0002 g i dodać do kolby z dwu-*n*-butyloaminą Kolbę zamknąć szybko i szczelnie doszlifowanym korkiem i odstawić na 20 min dla przereagowania dwu-*n*-butyloaminy z Izocynem T-80 Następnie wlać do kolby około

[1]) Patrz Informacje dodatkowe

100 cm^3 metanolu, spłukując korek i ścianki kolby oraz 2 ÷ 3 kropel Błękitu bromofenolowego i natychmiast miareczkować roztworem kwasu solnego do zmiany barwy z niebieskiej na żółtą Żółte zabarwienie powinno utrzymać się w ciągu 15 s W przypadku zmętnienia miareczkowanej próby dodać każdorazowo metanolu do sklarowania roztworu Naczynia i pipety powinny być starannie wysuszone Równolegle wykonać w takich samych warunkach próbę kontrolną

Zawartość dwuizocyjanianotoluenu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{0{,}0174\ (V_1 - V_2)\ 100}{m_1} \qquad (1)$$

w którym

0,0174 - liczba gramów dwuizocyjanianotoluenu odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,2N roztworu kwasu solnego,

V_1 - objętość ściśle 0,2N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania próby kontrolnej, cm^3,

V_2 - objętość ściśle 0,2N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania badanej próby, cm^3,

m_1 - masa odważki badanego Izocynu T-80, g.

5.4.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań różniących się między sobą nie więcej niż 0,5 %

5.4.3. Oznaczanie zawartości 2,4-dwuizocyjanianotoluenu

5.4.3.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie zawartości 2,4-dwuizocyjanianotoluenu (2,4-TDI) w Izocynie T-80 opiera się na pomiarze stosunku absorbancji pasma analitycznego przy 781,3 cm^{-1} dla izomeru 2,6-dwuizocyjanianotoluenu (2,6-TDI) do pasma analitycznego przy 809,7 cm^{-1} dla izomeru 2,4-dwuizocyjanianotoluenu

5.4.3.2. Aparatura i przyrządy

a) Dwuwiązkowy spektrofotometr na podczerwień z pryzmatem z chlorku sodowego rejestrujący widmo w zakresie 650 ÷ 4000 cm^{-1},

b) Kolby pomiarowe pojemności 25 cm^3

c) Kuwety z okienkami z chlorku sodowego o grubości około 0,4 mm

d) Strzykawki pojemności 2 cm^3

5.4.3.3. Odczynniki

a) Cykloheksan cz d a osuszony żelem krzemionkowym (zawartość wody poniżej 0,02 %)

b) Wzorce

2,4-TDI nie zawierający izomeru 2,6-TDI

2,6-TDI nie zawierający izomeru 2,4-TDI

5.4.3.4. Przygotowanie roztworów wzorcowych. Do kolb pomiarowych pojemności 25 cm^3 oznakowanych od 1 do 10 odważyć z dokładnością do 0,0002 g wzorcowe izocyjaniany w ilościach podanych w tabl 3

Odważone mieszaniny izomerów rozcieńczyć cykloheksanem, wymieszać, uzupełnić tym samym rozpuszczalnikiem do kresek i ponownie wymieszać

Tablica 3

Nr roztworu wzorcowego	2,4-TDI, g	2,6-TDI, g	Udział izomeru 2,4-TDI w mieszaninie izomerów, %
1	0,3750	0,1250	75
2	0,3800	0,1200	76
3	0,3850	0,1150	77
4	0,3900	0,1100	78
5	0,3950	0,1050	79
6	0,4000	0,1000	80
7	0,4050	0,0950	81
8	0,4100	0,0900	82
9	0,4150	0,0850	83
10	0,4200	0,0800	84

W przypadku użycia kuwet o grubości innej niż wg 5.4.3.2 należy odpowiednio zmienić stężenia roztworów wzorcowych izocyjanianów, a także stężenie roztworu próby badanej

5.4.3.5. Rejestrowanie widm spektrofotometrycznych i wyznaczanie absorbancji pasm analitycznych izomerów 2,4-TDI i 2,6-TDI. Kuwetę odnośnikową napełnić cykloheksanem i umieścić w wiązce odnośnikowej spektrofotometru

Kuwetę pomiarową napełnić za pomocą strzykawki roztworem mieszaniny izomerów TDI i umieścić w wiązce pomiarowej spektrofotometru Spektrofotometr nastawić na rejestrację wg programu dla pomiarów ilościowych

Trzykrotnie rejestrować widmo mieszaniny izomerów w zakresie od 700 cm^{-1} do 850 cm^{-1}

Dla każdego z zarejestrowanych widm wykreślić wspólną linię podstawową przechodzącą przez dwa minima przy liczbach falowych 765 cm^{-1} i 830 cm^{-1} Odczytać wartości absorbancji pasm analitycznych przy liczbach falowych 781,3 cm^{-1} dla izomeru 2,6-TDI oraz 809,7 cm^{-1} dla izomeru 2,4-TDI, stosując metodę linii podstawowej Z wykonanych trzech pomiarów obliczyć średnią arytmetyczną absorbancji dla izomerów 2,4-TDI i 2,6-TDI

5.4.3.6. Wyznaczanie współczynników równania $k = mc + b$ metodą najmniejszych kwadratów. Zgodnie z 5.4 3 5 wyznaczyć wartości absorbancji izomerów 2,4-TDI

dla roztwór wzorcowych przygotowanych wg 5 4 3 4 Obliczyć wartości k będące stosunkiem absorbancji izomeru 2,6-TDI do absorbancji izomeru 2,4-TDI dla poszczególnych roztworów wzorcowych.

Współczynniki równania X określającego zależność k od stężenia C izomeru 2,4-TDI wyliczyć z wzorów

$$m = \frac{n\sum_{i=1}^{n} k_i C_i - \sum_{i=1}^{n} k_i \sum_{i=1}^{n} C_i}{n\sum_{i=1}^{n} C_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} C_i\right)^2} \qquad (2)$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_i^2 \sum_{i=1}^{n} k_i - \sum_{i=1}^{n} C_i \left(\sum_{i=1}^{n} k_i C_i\right)}{n\sum_{i=1}^{n} C_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} C_i\right)^2} \qquad (3)$$

w których

n - ilość roztworów wzorcowych użytych do wyznaczania współczynników,

C_i - stężenie izomeru 2,4-TDI w mieszaninie 2,4 i 3,6 TDI danego roztworu wzorcowego, gdzie i określa nr kolejny roztworu wzorcowego wg tabl 3,

k_i - stosunek absorbancji pasma analitycznego izomeru 2,6-TDI do absorbancji pasma analitycznego izomeru 2,4-TDI dla danego roztworu wzorcowego, gdzie i określa nr kolejny roztworu wzorcowego wg tabl 3, wyliczony wg wzoru

$$k_i = \frac{A_{2\ 6\text{-TDI}}}{A_{2,4\text{-TDI}}} \qquad (4)$$

w którym

$A_{2,6\text{-TDI}}$ - średnia arytmetyczna absorbancji pasma analitycznego izomeru 2,6-TDI wyznaczona przy liczbie falowej 781,3 cm^{-1} dla danego roztworu wzorcowego,

$A_{2,4\text{-TDI}}$ - średnia arytmetyczna absorbancji pasma analitycznego izomeru 2,4-TDI wyznaczona przy liczbie falowej 809,7 cm^{-1} dla danego roztworu wzorcowego

5.4.3.7. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 25 cm^3 odważyć około 0,5 g badanego izocynu T-80 Całość uzupełnić cykloheksanem do kreski i wymieszać

Rejestrację widma i wyznaczanie absorbancji pasm izomerów 2,4-TDI i 2,6-TDI roztworu badanej próby wykonać wg 5 4 3 5 Zawartość 2,4-toluenu dwuizocyjanianotoluenu (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{k - b}{m} \qquad (5)$$

w którym

$$k = \frac{A_{2\ 6\text{-TDI}}}{A_{2,4\text{-TDI}}}$$

b - współczynnik równania $k = mc + b$ wyznaczony wg 5 4 3 6,

m - współczynnik równania $k = mc + b$ wyznaczony wg 5 4 3 6,

$A_{2,6\text{-TDI}}$ - średnia arytmetyczna absorbancji pasma izomeru 2,6-TDI wyznaczona przy liczbie falowej 781,3 cm^{-1} dla badanej próby

$A_{2,4\text{-TDI}}$ - średnia arytmetyczna absorbancji pasma izomeru 2,4-TDI wyznaczona przy liczbie falowej 809,7 cm^{-1} dla badanej próby

5.4.3.8. Wynik końcowy oznaczania Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć wartość obliczoną wg wzoru (5)

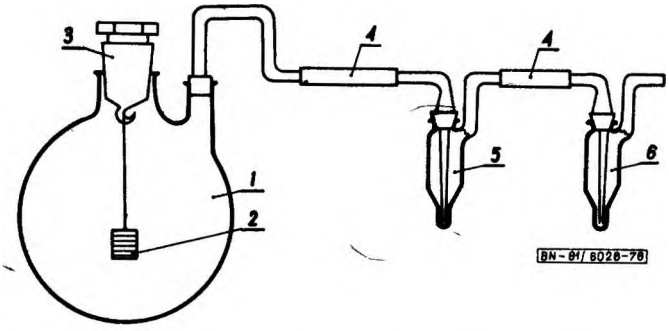
5 4 4. Oznaczanie zawartości chloru całkowitego

5 4 4.1 Zasada metody Oznaczanie polega na spaleniu badanego izocynu T-80 w atmosferze tlenu w aparacie przedstawionym na rysunku i zaabsorbowaniu w wodzie chloru zawartego w gazowych produktach spalania

Zaabsorbowany chlor oznacza się przez potencjometryczne miareczkowanie roztworem azotanu srebrowego

5.4.4.2. Aparatura i przyrządy

a) Aparat do spalania próby w tlenie wg rysunku



1 - kolba okrągłodenna dwuszyjna pojemności 2 dm^3 ze szlifem, 2 - koszyczek do spalania o szerokości 10 mm i wysokości 25 mm, wykonany z drutu ze stali kwasoodpornej o średnicy 1 mm, 3 - korek szklany z haczykiem do zawieszania koszyczka, 4 - wężyk łączący, 5 - płuczka Poleżajewa do gazu mała wg PN-69/C-13046

b) Butla z tlenem zaopatrzona w zawór redukcyjny ciśnienia

c) Elektrody srebrowa i kalomelowa

d) Klucz elektrolityczny (U-rurka szklana o średnicy 4 ÷ 5 mm wypełniona na gorąco 5-procentowym roztworem agaru w nasyconym roztworze azotanu potasowego)

e) Mieszadło elektryczne

f) Potencjometr (pehametr)

5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

a) Azotan potasowy cz d a , roztwór nasycony

b) Azotan srebrowy, roztwór 0,01N

c) Kwas azotowy, roztwór (1 1)

d) Kwas solny, roztwór ściśle 0,005N

5.4.4.4. Przygotowanie próby do miareczkowania. Do kolby okrągłodennej wlać 50 cm^3 wody destylowanej, a do płuczek po 10 cm^3 Zanurzyć w wodzie destylowanej rurkę szklaną, podłączoną poprzez reduktor do butli z tlenem Przepuszczać strumień tlenu przez kolbę w ciągu około 3 min W koszyczku do spalań umieścić skrawek bibuły z tamponikiem waty (około 50 mg)

Koszyczek z watą zawiesić na haczyku wagi analitycznej i zważyć z dokładnością do 0,0002 g Na bawełnę w koszyczku nanieść około 0,2 g badanej próbki i ponownie zważyć Koszyczek z badaną próbką na bawełnie zawiesić na haczyku korka szklanego, zapalić skrawek bibuły i natychmiast wprowadzić do kolby wypełnionej uprzednio tlenem W atmosferze tlenu bawełna z podaną próbką gwałtownie spala się, a chlor zawarty w próbce przechodzi do gazowych produktów spalania W celu niedopuszczenia do strat produktów spalania korek szklany należy przytrzymywać ręką zabezpieczoną rękawicą ochronną Wykonujący analizę powinien znajdować się poza przezroczystą osłoną zabezpieczającą Po spaleniu próbki znajdującą się w płuczkach wodę destylowaną przedmuchać gruszką gumową do kolby Odłączyć kolbę od płuczek i natychmiast zamknąć kolbę szczelnie korkiem Zawartość kolby energicznie wytrząsać do całkowitego zaniku widocznych produktów gazowych spalania próby Przenieść ilościowo zawartość kolby do zlewki Przepłukać małymi porcjami wody destylowanej wszystkie części aparatu, które stykały się z gazowymi produktami spalania, a popłuczyny połączyć z roztworem z kolby

Następnie roztwór zakwasić 2 + 3 cm^3 roztworu kwasu azotowego i dokładnie wymieszać mieszadłem elektrycznym

5.4.4.5. Wykonanie oznaczania. Do roztworu przygotowanego wg 5 4 4 4 dodać pipetą miarową ściśle 5 cm^3 roztworu kwasu solnego Elektrody kalomelową i srebrową dokładnie opłukane wodą destylowaną podłączyć do potencjometru Elektrodę srebrową umieścić w badanym roztworze, a elektrodę kalomelową w roztworze azotanu potasowego i połączyć roztwory kluczem elektrolitycznym Następnie włączyć potencjometr do sieci, nastawić odczyt na mV i uruchomić mieszadło Po upływie 5 min odczytać potencjał

Badany roztwór miareczkować roztworem azotanu srebrowego Blisko punktu równoważnikowego miareczkowania dodawać azotan srebrowy po 0,1 cm^3 Po każdorazowym dodaniu azotanu i dokładnym wymieszaniu roztworu odczytać na skali potencjometru napięcie w mV

Równolegle wykonać w takich samych warunkach próbę kontrolną Z otrzymanych wyników sporządzić wykres, na osi odciętych odłożyć objętość zużytego do miareczkowania roztworu azotanu srebrowego w cm^3, a na osi rzędnych napięcie w mV.

Z wykresu określić objętość azotanu srebrowego w cm^3 odpowiadającą punktowi równoważnikowego miareczkowania

Zawartość chloru całkowitego (X_3) w przeliczeniu na CL' obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{(V_2 - V_1)\ 0,0003546\ 100}{m_1} \qquad (6)$$

w którym

V_1 – objętość ściśle 0,01N roztworu azotanu srebrowego odpowiadająca punktowi równoważnikowego miareczkowania próby kontrolnej, cm^3,

V_2 – objętość ściśle 0,01N roztworu azotanu srebrowego odpowiadająca punktowi równoważnikowego miareczkowania badanej próby, cm^3,

0,0003546 – ilość chloru odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,01N roztworu azotanu srebrowego, g,

m_1 – odważka badanego izocynu T-80, g

5.4.4.6. Wynik końcowy oznaczania Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań różniących się między sobą nie więcej niż o 0,005 %

5 4.5 Oznaczanie zawartości chloru hydrolizującego

5 4 5 1. Aparatura i przyrządy

a) Elektrody srebrowa i kalomelowa

b) Mieszadło elektryczne

c) Potencjometr (pehametr)

5.4.5.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy, roztwór 0,01N

b) Kwas azotowy roztwór 20-procentowy

c) Metanol cz d a

5 4.5.3. Przygotowanie próby do miareczkowania. Do zlewki pojemności 250 cm^3 odmierzyć pipetą pomiarową 15 cm^3 badanego izocynu T-80 i dodać 150 cm^3 metanolu Próbę dokładnie rozpuścić, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym, a następnie roztwór ogrzewać w ciągu 30 min na wrzącej łaźni wodnej

Roztwór schłodzić do temperatury pokojowej, zakwasić kwasem azotowym do wyraźnego zabarwienia papierka uniwersalnego i dokładnie wymieszać za pomocą mieszadła elektrycznego

5 4 5.4 Wykonanie oznaczania Elektrody dokładnie spłukać wodą destylowaną i podłączyć do potencjometru Włączyć aparat do sieci i nastawić odczyt na mV Uruchomić mieszadło elektryczne i po upływie 5 min odczytać potencjał

Miareczkować roztwór przygotowany wg 5 4 5 3 roztworem azotanu srebrowego Po każdorazowym dodaniu 0,2 cm^3 odczynnika, roztwór dokładnie wymieszać i odczytać na skali potencjometru napięcie w mV

Z otrzymanych wyników sporządzić wykres, na osi odciętych odłożyć objętość zużytego do miareczkowania roztworu azotanu srebrowego, na osi rzędnych - napięcie w mV Z otrzymanego wykresu wyznaczyć punkt równoważnikowego miareczkowania odpowiadający objętości roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania badanej próby w cm^3

Zawartość chloru hydrolizującego (X_4) w przeliczeniu na Cl' obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{0\ 0003546\ \ V\ \ 100}{V_1 \cdot 1,22} \qquad (7)$$

w którym

V - objętość ściśle 0,01N roztworu azotanu srebrowego odpowiadająca punktowi równoważnikowego nasycenia, cm^3,

V_1 - objętość badanej próby Izocynu T-80, cm^3,

0,0003546 - ilość chloru odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,01N roztworu azotanu srebrowego, g,

1,22 - gęstość Izocynu T-80, g/cm^3

5.4.5.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań nie różniących się między sobą więcej niż 0,001 %

5.4.6. Oznaczanie kwasowości

5.4.6.1. Aparatura i przyrządy

a) Elektrody szklana i kalomelowa

b) Mieszadło elektryczne

c) Potencjometr (pehametr)

5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Metanol cz d a

b) Toluen cz d a

c) Wodorotlenek potasowy, roztwór metanolowy 0,01N

5.4.6.3. Przygotowanie próby do miareczkowania. Do zlewki pojemności 250 cm^3 odmierzyć pipetą pomiarową 15 cm^3 próbki Izocynu T-80 i dodać 50 cm^3 toluenu Następnie roztwór ogrzewać na łaźni wodnej do momentu całkowitego rozpuszczenia próby Roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej, dodać powoli 50 cm^3 metanolu i całość dobrze wymieszać Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 5 min na wrzącej łaźni wodnej Roztwór schłodzić do temperatury pokojowej i za pomocą mieszadła elektrycznego dokładnie wymieszać

5.4.6.4. Wykonanie oznaczania. Elektrody dokładnie spłukać wodą destylowaną i podłączyć do potencjometru Włączyć aparat do sieci i nastawić odczyt na mV Uruchomić mieszadło elektryczne i po upływie 5 min odczytać potencjał

Miareczkować roztwór przygotowany wg 5 4 6 3 roztworem wodorotlenku potasowego Blisko punktu równoważnikowego miareczkowania dodawać roztwór wodorotlenku potasowego po 0,1 cm^3 Po każdorazowym dodaniu odczynnika roztwór wymieszać i odczytać na skali potencjometru napięcie w mV

Z otrzymanych wyników sporządzić wykres, na osi odciętych odłożyć objętość zużytego do miareczkowania roztworu wodorotlenku potasowego w cm^3, a na osi rzędnych - napięcie w mV

Z otrzymanego wykresu wyznaczyć punkt równoważnikowego miareczkowania odpowiadający objętości roztworu wodorotlenku potasowego zużytego do miareczkowania badanej próby w cm^3

Kwasowość Izocynu T-80 w przeliczeniu na procentową zawartość kwasu solnego (X_5) obliczyć wg wzoru

$$X_5 = \frac{0\ 0003647\ \ V}{V_1\ \ 1,22} \qquad (8)$$

w którym

V - objętość ściśle 0,01N roztworu wodorotlenku potasowego odpowiadająca punktowi równoważnikowego miareczkowania cm^3,

V_1 - objętość badanej próby Izocynu T-80, cm^3,

0,0003647 - ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 cm^3 ściśle 0,01N roztworu wodorotlenku potasowego, g,

1,22 - gęstość Izocynu T-80, g/cm^3

5.4.6.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczań różniących się między sobą nie więcej niż 0,0005 %

5.4.7. Oznaczanie zawartości dimerów dwuizocyjanianotoluenu

5.4.7.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie zawartości dimerów dwuizocyjanianotoluenu (TDI) w Izocynie T-80 oparto na pomiarze absorbancji pasma przy liczbie falowej 1780 cm^{-1}

5.4.7.2. Aparatura i przyrządy

a) Dwuwiązkowy spektrofotometr na podczerwień z pryzmatem z chlorku sodowego rejestrujący widmo w zakresie 650÷4000 cm^{-1}

b) Kolby pomiarowe pojemności 25 cm^3,

c) Kuwety z okienkami z chlorku sodowego o grubości 0,160 mm

d) Strzykawki pojemności 2 cm^3

5 4.7.3 Odczynniki

a) Chloroform cz d a osuszony sitami molekularnymi 4A

b) Dimer 2,4-TDI o temperaturze topnienia 158 °C

c) Izocyn T-80 świeżo destylowany (nie zawierający dimerów dwuizocyjanianotoluenu)

5 4.7 4. Przygotowanie roztworów wzorcowych Przygotować 10 roztworow wzorcowych dimeru 2,4-TDI w świeżo destylowanym Izocynie T-80 o stężeniach wg tabl 4

Tablica 4

Nr roztworu wzorcowego	Stężenie dimeru TDI w Izocynie T-80, %
1	0,03 ÷ 0,05
2	0,06 ÷ 0,08
3	0,10 ÷ 0,12
4	0,14 ÷ 0,16
5	0,18 ÷ 0,20
6	0,22 ÷ 0,24
7	0,26 ÷ 0,28
8	0,30 ÷ 0,34
9	0,36 ÷ 0,38
10	0,40 ÷ 0,42

Poszczególne roztwory przygotować w następujący sposób do kolby pomiarowej zważonej z dokładnością do 0,0002 g odważyć odpowiednią ilość dimeru 2,4-TDI, zawartość kolby uzupełnić do kreski Izocynem T-80, po rozpuszczeniu dimeru 2,4-TDI całość dokładnie wymieszać i ponownie zważyć z dokładnoscią do 0,0002 g

Stężenie dimeru 2,4-TDI (C) w poszczególnych roztworach wzorcowych obliczyć wg wzoru

$$C = \frac{m_2 \ 100}{m_3} \qquad (9)$$

w którym

m_2 - odważka dimeru 2,4-TDI, g,

m_3 - odważka roztworu dimeru 2,4-TDI w Izocynie T-80, g

5 4.7.5. Rejestrowanie widm spektrofotometrycznych i wyznaczanie absorbancji pasma dimerów dwuizocyjanianotoluenu. Kuwetę pomiarową napełnić za pomocą strzykawki badanym Izocynem T-80, a w przypadku wyznaczania współczynników wg 5 4 7 6 roztworem wzorcowym dimeru 2,4-TDI w świeżo destylowanym Izocynie T-80 Napełnioną kuwetę umieścić w wiązce pomiarowej spektrofotometru

Kuwetę kompensacyjną napełnić świeżo destylowanym Izocynem T-80 i umieścić w wiązce odnośnikowej spektrofotometru.

Spektrofotometr nastawić na rejestrację wg programu dla pomiarów ilościowych

Widmo rejestrować trzykrotnie w zakresie 1600÷1900 cm^{-1} Dla każdego z zarejestrowanych widm wykreślić linię styczną do minimum przy 1835 cm^{-1} równolegle do linii 0 % transmitancji Odczytać wartość absorbancji pasma przy liczbie falowej 1780 cm^{-1} Z wykonanych trzech pomiarów obliczyć średnią arytmetyczną absorbancji dimerów TDI

5.4.7.6. Wyznaczanie współczynników równania $A = mc + b$ metodą najmniejszych kwadratów Zgodnie z 5 4 7 5 wyznaczyć wartości absorbancji dimeru 2,4-TDI dla roztworów wzorcowych przygotowanych wg 5 4 7 4

Współczynniki równania określającego zależność absorbancji przy 1780 cm^{-1} od stężenia dimeru 2,4-TDI w Izocynie T-80 wyliczyć z wzorów

$$m = \frac{n\sum_{i=1}^{n} A_i C_i - \sum_{i=1}^{n} A_i \sum_{i=1}^{n} C_i}{n\sum_{i=1}^{n} C_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} C_i\right)^2} \qquad (10)$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_i^2 \sum_{i=1}^{n} A_i - \sum_{i=1}^{n} C_i \sum_{i=1}^{n} A_i C_i}{n\sum_{i=1}^{n} C_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} C_i\right)^2} \qquad (11)$$

w których

n - ilość roztworów wzorcowych użyta do wyznaczania współczynników,

A_i - średnia arytmetyczna absorbancji pasma dimeru 2,4-TDI przy liczbie falowej 1780 cm^{-1} dla danego roztworu wzorcowego, gdzie i określa nr kolejny roztworu wzorcowego,

C_i - stężenie dimeru 2,4-TDI w Izocynie T-80 danego roztworu wzorcowego, gdzie i określa nr kolejny roztworu wzorcowego

5 4 7.7. Wykonanie oznaczania Kuwetę pomiarową napełnić badanym Izocynem T-80 i umieścić w wiązce pomiarowej spektrofotometru.

Kuwetę kompensacyjną napełnić świeżo destylowanym Izocynem T-80 Rejestrację widm i wyznaczanie absorbancji pasma dimerów TDI przeprowadzić wg 5 4 7 5

Zawartość dimerów dwuizocyjanianotoluenu (X_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{A-b}{m} \qquad (12)$$

w którym

A - średnia arytmetyczna absorbancji dimerów dwuizocyjanianotoluenu przy liczbie falowej 1780 cm^{-1} dla badanej próby,

b - współczynnik równania $A = mc + b$ wyznaczony wg 5 4 7 6,

m - współczynnik równania $A = mc + b$ wyznaczony wg 5 4 7 6

5.4.7.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć wartosc obliczoną wg wzoru (12)

5 4.8. Oznaczanie barwy wykonać wg BN-71/6020-02

5 5 Zaokrąglanie i zapisywanie wyników Przy obliczaniu wyników stosować zasady wg PN-70/N-02120 p 3 3-2

5.6. Ocena wyników badań. Partię Izocynu T-80 należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań wg 5 4 są zgodne z wymaganiami wg 3 1 i 3 2

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii wysłanego produktu wytworca jest obowiązany dołączyć zaświadczenie stwierdzające zgodnosć z wymaganiami normy

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowująca normę - Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM w Bydgoszczy

2 Dotychczasowe normy Niniejsza norma zastępuje ZN-74/MPCh/Og-2028

3. Istotne zmiany w stosunku do ZN-74/MPCh/Og-2028

a) wprowadzono dwa gatunki,

b) podwyższono wymaganie zawartości 2,4-dwuizocyjanianotoluenu,

c) obniżono zawartość chloru hydrolizującego,

d) poprawiono stopień zabarwienia,

e) obniżono dla gatunku specjalnego zawartość chloru całkowitego,

f) wymagania dla gatunku specjalnego uzupełniono zawartością dimerow dwuizocyjanianotoluenu.

4 Normy i dokumenty związane

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

PN-69/C-13046 Szklany sprzęt laboratoryjny Płuczki bełkotkowe typu Poleżajewa zmodyfikowane

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

PN-75/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowejściowe bez skrzydeł drewniane 800x1200-EUR

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

PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe Znaki i znakowanie Wymagania podstawowe

BN-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi

BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe Bębny lekkie

BN-71/6020-02 Oznaczanie barwy produktów organicznych

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z 7 wrzesnia 1963 r (Mon Pol nr 24, poz 123)

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

Przepisy o przewozie koleją materiałow i przedmiotow niebezpiecznych (PMN) Dz TiZK nr 20 poz 84 z 1968 r (obowiązujące od dnia 15 wrzesnia 1968 r)

Rozporządzenie Ministrow Komunikacji i Spraw Wewnętrznych z dnia 27 listopada 1971 r w sprawie bezpieczeństwa ruchu przy przewozie materiałow niebezpiecznych na drogach publicznych (Dz U PRL nr 35 poz 310 z dnia 17 grudnia 1971 r)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej - załącznik 4 do Umowy SMGS (Dz TiZK nr 7, poz 35 z 1966 r) obowiązujące od dnia 1 lipca 1966 r

Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (RID), załącznik 1 do Konwencji CIM (Dz U PRL nr 21, poz 137, z dnia 29 czerwca 1968r.) obowiązujący od 1 kwietnia 1967 r

5. Symbol wg SWW - 1268-11

6. Autorzy projektu normy - mgr Karolina Kasperczyk, inż Krystyna Spinek, inż Leszek Gajzler, mgr Halina Mazurkiewicz, inż Renata Wencel - Zakłady Chemiczne ORGANIKA-ZACHEM w Bydgoszczy

BN-81/6026-76	na str 2 p 5 3 łam prawy wiersz 4 i 5 od góry zamiast linii wytłoczonej powinno być linii wytłocznej na str 3 p 5 4 3 2a) zamiast Dwuzwiązkowy spektrofotometr powinno być Dwuwiązkowy spektrofotometr na str 4 w legendzie do wzorów (2) i (3) zamiast C_i — stężenie izomeru 2,4-TDI w mieszaninie 2,4 i 3,6 TDI powinno być C_i — stężenie izomeru 2,4-TDI w mieszaninie 2,4- i 2,6-TDI na str 4 p 5 4 3 7 łam lewy wiersz 7 od góry zamiast Zawartość 2,4-toluenu dwuizocyjanianotoluenu powinno być Zawartość 2,4-dwuizocyjanianotoluenu

1 W punkcie 5 4 2 3 zmienia się początek czwartego zdania,
zamiast następnie wlać do kolby około 100 cm^3 metanolu,
powinno być Następnie powoli wlać do kolby około 100 cm^3 metanolu

2 W punkcie 5 4.5 3 zmienia się zakończenie pierwszego zdania,
zamiast i dodać 150 cm^3 metanolu,
powinno być i dodać powoli 150 cm^3 metanolu

(Biuletyn PKNMiJ nr 5—6/89 poz 56)