

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-72
	Trójetanoloamina techniczna	6026-54
		Grupa katalogowa X 21 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest trójetanoloamina techniczna otrzymywana przez syntezę monoetanoloaminy i tlenku etylenu.

Trójetanoloamina ma:

a) wzór sumaryczny $C_6H_{15}O_3N$,

b) wzór budowy
$$N \begin{cases} CH_2-CH_2-OH \\ CH_2-CH_2-OH \\ CH_2-CH_2-OH \end{cases}$$

c) masę cząsteczkową: 149,19.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Trójetanoloamina techniczna ma zastosowanie jako składnik emulgatorów i środków dyspergujących w przemyśle chemicznym, kosmetycznym, włókienniczym, garbarskim i metalowym.

1.3. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)

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

PN-66/C-04523 Oznaczanie zawartości wody metodą destylacyjną

PN/C-60008 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów ciekłych

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

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

PN-67/O-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

2. OZNACZENIE

TRÓJETANOLOAMINA TECHNICZNA BN-72/6026-54
SWW 1241-823

3. WYMAGANIA

3.1. Wygląd zewnętrzny. Trójetanoloamina

techniczna powinna być oleistą cieczą bezbarwną do lekko żółtej.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	
a) Gęstość w 20°C, g/cm ³	1,128÷1,135
b) Trójetanoloaminy, %, nie mniej niż	85
c) Monoetanoloaminy i dwuetanoloaminy w przeliczeniu na dwuetanoloaminę, %, nie więcej niż	14
d) Wody, %, nie więcej niż	0,8

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Trójetanoloaminę należy pakować do bębnow polietylenowych pojemności 50 dm³ ²⁾. Znakowanie opakowań należy wykonać wg PN-67/O-79252, umieszczając na opakowaniu napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2,
- numer partii,
- masę brutto i netto.

4.2. Przechowywanie. Trójetanoloaminę należy przechowywać w zamkniętych opakowaniach, zabezpieczonych przed działaniem światła. Czas przechowywania nieograniczony.

4.3. Transport. Trójetanoloaminę można przewozić dowolnym środkiem transportu. Przy przewozie koleją należy ładować do granic pełnego wykorzystania wagonu, zabezpieczając produkt opakowany wg 4.1 przed przemieszczaniem się w czasie transportu w sposób zgodny z przepisami kolejowymi ²⁾. W transporcie samochodowym, produkt należy ładować zgodnie z instrukcją o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep ²⁾.

¹⁾ Symbol wg SWW: 1241-823.

²⁾ Patrz Informacje dodatkowe.

Zjednoczenie Przemysłu Organicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Organicznego „Organika”
dnia 10 lipca 1972 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji
od dnia 1 lipca 1973 r. (Dz. Norm. i Miar nr 17/1972 poz. 35)

5. BADANIA

5.1. Program badań

5.1.1. Badania niepełne polegają na sprawdzeniu gęstości, zawartości mono- i dwuetanoloaminy, zawartości wody. Badaniom niepełnym należy poddać każdą partię wyprodukowanego produktu.

5.1.2. Badania pełne polegają na sprawdzeniu zgodności z wszystkimi wymaganiami podanymi w 3.2. Badania pełne należy wykonać przy okresowej kontroli produkcji, co najmniej jeden raz na kwartał na życzenie odbiorcy.

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi najwyżej 100 opakowań.

5.3. Pobieranie próbek — wg PN-67/C-04500. Z każdej partii, w zależności od liczności opakowań, należy pobrać losowo następujące liczby opakowań jednostkowych do pobrania próbek.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy pobrać do pobrania próbek
do 6	wszystkie
7 ÷ 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 100	14

Próbki z opakowań jednostkowych należy pobierać zgłębnikiem nr 1 wg PN/C-60008 z całej warstwy cieczy w opakowaniu. Ilość pobieranych prób pierwotnych z jednego opakowania powinna być taka, aby masa średniej próbki laboratoryjnej nie była mniejsza niż 1500 g. Średnią próbkę laboratoryjną należy przygotować przez zmieszanie próbek jednostkowych i podzielić na dwie części. Część średniej próbki laboratoryjnej o masie nie mniejszej niż 500 g należy przechowywać do analizy kontrolnej w ciągu 3 miesięcy od daty wysłania produktu.

5.4. Opis badań

5.4.1. Oznaczanie gęstości wykonać areometrem wg PN-66/C-04004.

5.4.2. Oznaczanie zawartości trójetanoloaminy

5.4.2.1. Zasada oznaczania. Zasada oznaczania polega na przeprowadzeniu etanoloamin w lotne estry trójfluorooctowe i rozdziale mieszaniny otrzymanych estrów metodą chromatografii gazowej. Na podstawie otrzymanego chromatogramu oblicza się metodą kalibracji zawartość mono-, dwu- i trójetanoloaminy.

5.4.2.2. Aparatura i przyrządy

a) Chromatograf gazowy z detektorem przewodnictwa cieplnego.

b) Kolumna aluminiowa lub stalowa długości

1 ÷ 2 m, średnicy wewnętrznej 4 mm wypełniona chromosorbem G 60—80 mesh impregnowanym 5-procentowym roztworem bursztynianu neopentylglikolu, kondycjonowana w temperaturze 180°C w ciągu 24 godz.

c) Mikrostrzykawka pojemności 10 mm³.

d) Strzykawka pojemności 10 cm³.

e) Strzykawka pojemności 1 cm³.

f) Buteleczyki z hermetycznym zamknięciem gumowym pojemności 2 cm³.

5.4.2.3. Odczynniki i roztwory

a) Bezwodnik kwasu trójfluorooctowego do chromatografii ($d=1,5$).

b) Monoetanoloamina do chromatografii.

c) Dwuetanoloamina do chromatografii.

d) Trójetanoloamina do chromatografii.

e) Mieszanina wzorcowa etanoloamin zawierająca składniki w ilościach odpowiadających w granicach składu trójetanoloaminy technicznej, przygotowana przez odważenie poszczególnych składników.

f) Wodór sprężony techniczny wg PN-61/C-84908.

5.4.2.4. Estryfikacja etanoloamin. Wprowadzić za pomocą strzykawki pojemności 1 cm³ do butelki pojemności 2 cm³ z hermetycznym zamknięciem gumowym 1 cm³ bezwodnika kwasu trójfluorooctowego po uprzednim usunięciu z niej powietrza za pomocą strzykawki pojemności 10 cm³. Dodać powoli strzykawką pojemności 1 cm³ 0,05 cm³ wzorcowej mieszaniny etanoloamin przy ciągłym mieszaniu. Po usunięciu strzykawki wstrząsać zawartość butelki przez 10 min. W ten sam sposób przygotować estry etanoloamin wzorcowych oraz badanej próbki.

5.4.2.5. Warunki chromatografowania. Warunki chromatografowania są następujące:

a) gaz nośny — wodór,

b) szybkość przepływu gazu nośnego

— 110 cm³/min,

c) temperatura kolumny — 172°C,

d) temperatura dozownika — 250°C.

Aparat uruchomić zgodnie z instrukcją obsługi z uwzględnieniem podanych parametrów.

5.4.2.6. Identyfikacja składników badanej próbki. Wprowadzić na kolumnę 5 mm³ próbki przygotowanej wg 5.4.2.4 i tak dobrać czułość aparatu i przesuw taśmy rejestracyjnej, aby wysokość piku składnika głównego była zawarta w granicach 60 ÷ 75% szerokości taśmy rejestracyjnej. Zanieczyszczenia towarzyszące głównemu składnikowi rejestrować przy zwiększonej czułości, w przypadku gdy wysokości ich pików są mniejsze od 1/10 wysokości piku składnika głównego. Identyfikację poszczególnych składników wykonać przez obliczenie względnych czasów retencji odpowiednich pików i porównanie ich ze względ-

nymi czasami retencji estrów etanoloamin wzorcowych.

5.4.2.7. Wyznaczenie współczynników kalibracji. Wykonać trzy chromatogramy w warunkach podanych wg 5.4.2.5 i 5.4.2.6 mieszanki przygotowanej wg 5.4.2.4. Powierzchnię pików rejestrować automatycznie przy użyciu integratora lub obliczyć mnożąc wysokość pików przez jego szerokość zmierzoną w połowie wysokości.

Obliczyć średnią arytmetyczną tych powierzchni, a następnie współczynnik kalibracji (K_x) dla każdego składnika osobno według wzoru

$$K_x = \frac{m}{S_x}$$

w którym:

m — zawartość danego składnika w mieszaninie wzorcowej, ‰,

S_x — średnia powierzchnia pików danego składnika na chromatogramie wzorcowym, mm².

5.4.2.8. Oznaczanie ilościowe. Wykonać chromatogramy badanej próbki przygotowanej wg 5.4.2.4 uwzględniając warunki podane w 5.4.2.5 i 5.4.2.6. W obliczeniach uwzględnić tylko piki zidentyfikowane wg 5.4.2.6.

Zawartość każdego składnika (X) obliczyć w procentach według wzoru

$$X = K_x \cdot S_x$$

w którym:

K_x — współczynnik kalibracji danego składnika obliczony wg 5.4.2.7,

S_x — powierzchnia pików danego składnika na chromatogramie danej próbki, mm².

5.4.2.9. Wynik. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną dwóch oznaczeń równoległych, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,5‰.

5.4.3. Oznaczanie zawartości mono- i dwuetanoloaminy

5.4.3.1. Odczynniki i roztwory

a) Arsenian sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n przygotowany w następujący sposób: 4,9455 g trójtlenku arsenu rozpuścić na gorąco w małej ilości (około 150 cm³) 1n roztworu wodorotlenku sodowego w parownicze porcelanowej. Roztwór spłukać do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dodać kroplę roztworu fenoloftaleiny i 1n roztworu kwasu siarkowego do odbarwienia. Następnie dodać około 20 g kwaśnego węglanu sodowego rozpuszczonego w 500 cm³ wody, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

b) Nadjodan sodowy, roztwór przygotowany przez rozpuszczenie 15 g bezwodnego metanadjo-

danu sodowego cz.d.a. w 180 cm³ 1n roztworu kwasu siarkowego w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i dopełnienie wodą do kreski.

c) Jodek potasowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

d) Kwaśny węglan sodowy cz., roztwór nasycony.

e) Jod sublimowany, roztwór 0,1n.

5.4.3.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 1 g trójetanoloaminy z dokładnością do 0,0002 g, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą do kreski. 10 cm³ tak przygotowanego roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem, dodać 25 cm³ roztworu nadjodanu sodowego oraz 10 cm³ roztworu kwaśnego węglanu sodowego. Kolbę zamknąć korkiem i roztwór wymieszać. Jednocześnie przygotować ślepą próbę używając wody zamiast roztworu trójetanoloaminy. Po 5 min reakcji w temperaturze pokojowej dodać do każdej kolby 30 cm³ 0,1n roztworu arseninu sodowego i 2 cm³ roztworu jodku potasowego. Kolbę zamknąć korkiem i po upływie 10 min miareczkować 0,1n roztworem jodu do zmiany zabarwienia na lekko żółte. Zawartość monoetanoloaminy i dwuetanoloaminy w przeliczeniu na dwuetanoloaminę (X_1) obliczyć w procentach według wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 - V_2 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 0,002628}{m \cdot 10} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 2,628}{m}$$

w którym:

V_1 — objętość ściśle 0,1n roztworu jodu zużyta do miareczkowania badanej próby, cm³,

V_2 — objętość ściśle 0,1n roztworu jodu zużyta do miareczkowania ślepej próby, cm³,

m — odważka badanej trójetanoloaminy, g,

0,002628 — ilość dwuetanoloaminy odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,1n roztworu jodu, g.

5.4.3.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się więcej niż o 0,5‰.

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody — wg PN-66/C-04523.

5.4.5. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej wysyłki trójetanoloaminy technicznej należy dołączyć zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy. Interpretacja wyników powinna być zgodna z PN-70/N-02120.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE do BN-72/6026-54

ZN-71/MPCh-TR-6532 Wyroby z polietylenu. Bębny 50 dm³.

Przepisy o ładowaniu i wyladowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej. Załącznik nr 10 do art. 27 ust. 4 pkt. 4 DKP.

Instrukcja o ładowaniu samochodów ciężarowych i przyczep. Załącznik do Zarządzenia Ministra Komunikacji z dnia 7.III.1963 r.

Niniejsza norma zastępuje ZN-66/MPCh/OE-3151.