

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	<b>BN-83</b>
	Odczynniki <b>Cykloheksan</b>	<b>6193-23</b>
		Zamiast BN-70/6193-23
		Grupa katalogowa 1052

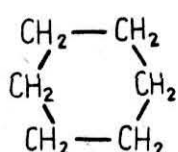
## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest cykloheksan odczynnikowy, otrzymywany przez katalityczne uwodornienie benzenu.

Cykloheksan ma:

a) wzór sumaryczny —  $C_6H_{12}$ ,

b) wzór strukturalny



c) masę molową — 84,16,

d) temperaturę wrzenia — 81 °C,

e) temperaturę krzepnięcia — 6,0 °C,

f) inne nazwy — sześćhydrobenzen, heksametylen, heksahydrobenzen.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od stopnia czystości, różni się dwa gatunki cykloheksanu odczynnikowego:  
cz.d.a. — czysty do analizy,  
cz. — czysty.

**2.2. Przykład oznaczenia** cykloheksanu czystego do analizy:

CYKLOHEKSAN cz.d.a. BN-83/6193-23

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Cykloheksan powinien być cieczą bezbarwną i klarowną, o ostrym zapachu, nierozpuszczalną w wodzie. Z etanolem i eterem powinien się mieszać w każdym stosunku. Nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych.

**3.2. Wymagania szczegółowe** — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Gęstość w temperaturze 20 °C, g/ml	0,778 ÷ 0,779	0,775 ÷ 0,781
b) Cykloheksanu, % (m/m), nie mniej niż	99,7	99,6

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
c) Wody, % (m/m), nie więcej niż	0,03	0,05
d) Benzenu, % (m/m), nie więcej niż	0,03	0,05
e) Cykloheksenu, % (m/m), nie więcej niż	0,03	0,05
f) Wolnych kwasów w przeliczeniu na HCl, % (m/m), nie więcej niż	0,001	0,005
g) Barwa, ° Hazena, nie więcej niż	5	5
h) Substancji nielotnych, % (m/m), nie więcej niż	0,002	0,003

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Cykloheksan należy dostarczać w bębnach stalowych pojemności 200 l wg BN-76/5046-01, BN-76/5046-02 i BN-76/5046-03, zamykanych nakrętką metalową, zaopatrzoną w uszczelkę, chemicznie odporną.

Na każdym opakowaniu powinien się znajdować trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii,
- znak niebezpieczeństwa dla substancji wybuchowych i łatwo palnych wg PN-76/O-79252 p. 2.3.1 i 2.3.4.

Konfekcjonowanie produktu w mniejsze opakowania przeprowadza dystrybutor cykloheksanu odczynnikowego.

Cykloheksan przeznaczony do konfekcjonowania należy pakować zgodnie z PN-70/C-80001 p. 3.

Rodzaj opakowania — butelki ze szkła wg PN-76/O-79561, z nakrętką z tworzywa sztucznego, z chemicznie odporną uszczelką. Pojemność butelek 1000 ml. Butelki należy znakować wg PN-70/C-80001 p. 4.

Zgłoszona przez Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego  
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego  
dnia 14 kwietnia 1983 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1983 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1983 poz. 18)

Cykloheksan zalicza się do I klasy niebezpieczeństwa pożarowego.

**4.2. Przechowywanie.** Cykloheksan należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1, w pomieszczeniach suchych i zadaszonych, w temperaturze nie wyższej niż 25 °C, z dala od źródła ognia.

**4.3. Transport.** Cykloheksan należy przewozić w opakowaniach wg 4.1, zgodnie z obowiązującymi przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych<sup>1)</sup>.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu (3.1),
- oznaczanie gęstości (3.2a),
- oznaczanie zawartości cykloheksanu (3.2b),
- oznaczanie zawartości wody (3.2c),
- oznaczanie zawartości benzenu (3.2d),
- oznaczanie zawartości cykloheksenu (3.2e),
- oznaczanie wolnych kwasów (w przeliczeniu na HCl) (3.2f),
- oznaczanie barwy (3.2g),
- oznaczanie substancji nielotnych (3.2h).

**5.2. Wielkość partii.** Partię cykloheksanu odczynnikowego u producenta stanowi zawartość nie więcej niż 20 bębnow.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047.

Do przygotowania średniej próbki laboratoryjnej wybrać losowo co najmniej 5 bębnow lub 5 butelek, pobierając z każdego bębna albo butelki próbkę pierwotną w ilości około 200 ml.

Próbki pierwotne wymieszać i z otrzymanej próbki ogólnej pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 ml.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzenie wyglądu.** Do cylindra z bezbarwnego szkła, o średnicy wewnętrznej około 25 mm, wlać cykloheksanu do wysokości 100 mm słupa cieczy. Sprawdzenie wyglądu przeprowadzić w sposób wizualny w świetle rozproszonym.

**5.4.2. Oznaczenie gęstości** należy wykonać wg PN-66/C-04004 p. 2.1 w temperaturze 20 °C, stosując areometr z działką elementarną 0,001 g/ml.

**5.4.3. Oznaczenie zawartości wody** wykonać metodą Karola Fischera wg PN-81/C-04959. Jako rozpuszczalnik stosować mieszaninę zawierającą 1 objętość metanolu i 3 objętości chloroformu. Do oznaczania odmierzyć próbkę w ilości 25 ml.

Zawartość wody ( $X_1$ ) w procentach obliczyć wg PN-81/C-04959 wzór (4).

**5.4.4. Oznaczenie zawartości cykloheksanu, benzenu i cykloheksenu wykonane metodą chromatografii gazowej, z zastosowaniem wzorca wewnętrznego**

#### 5.4.4.1. Aparatura

a) Laboratoryjny chromatograf gazowy wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny,

b) Kolumna chromatograficzna szklana lub ze stali nierdzewnej, o odpowiednich wymiarach. Jako wypełnienie kolumny chromatograficznej należy stosować chromosorb PAW o uziarnieniu  $0,23 \div 0,25$  mm, z naniesionym glikolem polietylenowym 1500, w ilości 15 % lub inne wypełnienie, zabezpieczające pełne rozdzielanie zanieczyszczeń od cykloheksanu, benzenu oraz cykloheksenu.

**5.4.4.2. Wykonanie oznaczania.** Zaleca się stosowanie następujących warunków pracy chromatografu:

- długość kolumny — 6 m,
- średnica kolumny — 4 mm,
- temperatura kolumny — 60 °C,
- temperatura dozownika — 120 °C,
- temperatura detektora — 130 °C,
- natężenie przepływu argonu — 12,5 cm<sup>3</sup>/min,
- szybkość przesuwu taśmy rejestracyjnej — 10 mm/min,
- wielkość wprowadzonej próbki — 5 μl.

Przygotowanie aparatu do pracy i obsługa w czasie wykonywania analizy powinny być zgodne z instrukcją dołączoną do aparatu.

Parametry pracy chromatografu powinny zabezpieczać oznaczanie zanieczyszczeń w cykloheksanie, z wykrywalnością 0,002 % i powtarzalnością 10 % względnych.

**5.4.4.3. Przygotowanie próbki.** W kolbie stożkowej pojemności 100 ml, z doszlifowanym korkiem, zważyć około 0,02 g *n*-nonanu, z dokładnością do 0,0002 g, dodać 50 ml badanego cykloheksanu i powtórnie zważyć z tą samą dokładnością. Z tak przygotowanej mieszaniny wykonać chromatogram.

Chromatogram należy rejestrować do upływu 2,5-krotnej ilości czasu od początku chromatografowania do elucji piku *n*-nonanu, licząc od wierzchołka tego ostatniego.

**5.4.4.4. Obliczanie wyników.** Na otrzymanym chromatogramie zmierzyć pole powierzchni wszystkich pików, oprócz piku cykloheksanu.

Zawartość benzenu ( $X_2$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{A_b \cdot m_w \cdot 100}{A_w \cdot m} \quad (1)$$

w którym:

- $A_b$  — pole powierzchni piku benzenu, mm<sup>2</sup>,
- $m_w$  — masa odważki *n*-nonanu, g,
- $A_w$  — pole powierzchni piku *n*-nonanu, mm<sup>2</sup>,
- $m$  — masa próbki, g.

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

$$X_3 = \frac{A_c \cdot m_w \cdot 100}{A_w \cdot m} \quad (2)$$

w którym:

- $A_c$  — pole powierzchni piku cykloheksenu, mm<sup>2</sup>,
- $m_w$  — masa odważki *n*-nonanu, g,
- $A_w$  — pole powierzchni piku *n*-nonanu, mm<sup>2</sup>,
- $m$  — masa próbki, g.

<sup>1)</sup> Patrz Informacje dodatkowe p. 3.



Zawartość sumaryczną pozostałych zanieczyszczeń organicznych ( $X_4$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{A_n \cdot m_w \cdot 100}{A_w \cdot m} \quad (3)$$

w którym:

$A_n$  — pole powierzchni pików wszystkich zanieczyszczeń organicznych, z wyjątkiem pików benzenu i cykloheksenu,  $\text{mm}^2$ ,

$m_w$  — masa odważki  $n$ -nonanu, g,

$A_w$  — pole powierzchni pików  $n$ -nonanu,  $\text{mm}^2$ ,

$m$  — masa próbki, g.

Zawartość cykloheksanu ( $X$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = 100 - X_1 - X_2 - X_3 - X_4 \quad (4)$$

w którym:

$X_1$  — zawartość wody, % (m/m),

$X_2$  — zawartość benzenu, % (m/m),

$X_3$  — zawartość cykloheksenu, % (m/m),

$X_4$  — zawartość pozostałych zanieczyszczeń organicznych, % (m/m).

**5.4.4.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,05 %.

**5.4.5. Oznaczenie zawartości wolnych kwasów** wykonać wg PN-67/C-04066 p. 2.6. Do miareczkowania jako wskaźnik można stosować fenoloftaleinę.

Zawartość wolnych kwasów w przeliczeniu na HCl ( $X_5$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_5 = \frac{V_1 \cdot 0,00182 \cdot 100}{50 \cdot d} \quad (5)$$

w którym:

$V_1$  — objętość roztworu wodorotlenku potasowego o  $c(\text{KOH}) = 0,0500$  mol/l, zużyta do miareczkowania, ml,

0,00182 — ilość kwasu solnego odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku potasowego o  $c(\text{KOH}) = 0,0500$  mol/l, g,

$d$  — gęstość badanego cykloheksanu, g/ml.

**Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetycz-

ną dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,0003 %.

**5.4.6. Oznaczenie barwy** wg skali Hazena wykonać zgodnie z PN-81/C-04534.01 p. 2.2, przy długości fali 390 nm i grubości warstwy 50 mm.

**Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą w odczytach absorbancji nie więcej niż o 0,005.

**5.4.7. Oznaczenie zawartości substancji nielotnych.** W szklanej lub porcelanowej parownicy, wysuszonej w temperaturze 105 °C i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, umieścić 100 ml badanego cykloheksanu i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość wysuszyć do stałej masy w suszarce, w temperaturze 105 °C, wystudzić i zważyć z tą samą dokładnością.

Zawartość substancji nielotnych ( $X_6$ ) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot d} \quad (6)$$

w którym:

$m_1$  — masa pozostałości po suszeniu, g,

$m$  — ilość badanego cykloheksanu pobrana do analizy, ml,

$d$  — gęstość badanego cykloheksanu, g/ml.

**Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 0,0005 %.

**5.5. Ocena wyników badań.** Partię cykloheksanu odczynnikowego należy uznać za zgodną z normą, jeżeli wyniki wszystkich badań odpowiadają wymaganiom normy w rozdz. 3.

W przypadku uzyskania wyników niezgodnych z wymaganiami normy, badanie, które dało wynik negatywny, należy powtórzyć na ponownie pobranej średniej próbce. Jeżeli w powtórnym badaniu uzyska się wynik negatywny, partię należy odrzucić.

**5.6. Interpretacja wyników.** Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

**5.7. Zaświadczenie o wynikach badań.** Do każdej partii produktu wytwórca jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6193-23

a) wprowadzono wymagania dotyczące zawartości cykloheksanu oraz dodatkowo — oznaczenie zawartości wody, wolnych kwasów i barwy,

b) wprowadzono opis chromatograficznej metody oznaczania cykloheksanu, benzenu i cykloheksenu,

c) wyeliminowano wymagania: granice temperatury wrzenia, oznaczenie temperatury krzepnięcia oraz współczynnika załamania światła.

3. Normy i dokumenty związane  
PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczenie gęstości (masy właściwej)

- PN-67/C-04066 Przetwory naftowe. Oznaczanie kwasowości i liczby kwasowej
- PN-81/C-04534.01 Analiza chemiczna. Oznaczanie barwy produktów chemicznych za pomocą skali Hazena (skala platynowo-kobaltowa)
- PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych
- PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport
- PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej
- PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb
- PN-76/O-79252 Transportowe jednostki opakowaniowe. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe
- PN-76/O-79561 Opakowania szklane do artykułów chemicznych. Butelki i słoje do odczynników
- BN-76/5046-01 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami wytłaczanymi
- BN-76/5046-02 Opakowania transportowe metalowe. Bębny lekkie
- BN-76/5046-03 Opakowania transportowe metalowe. Bębny ciężkie z obręczami nasadzonymi
- Przepisy o przewozie koleją materiałów i przedmiotów niebezpiecznych PMN (Dz. TiKZ nr 20, poz. 84 z 1968 r.)
- Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik 1 do Ustawy SMGS (Dz. TiZK nr 7, poz. 35 z 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 1968 r.)
- 4. Symbol wg SWW**  
cz.d.a. 1331-14,  
cz. 1331-11.
- 5. Autor projektu normy** — mgr inż. Krystyna Szymczak — Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie.