

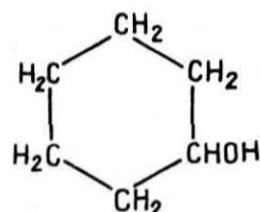
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-84
	Odczynniki Cykloheksanol	6193-09
		Zamiast BN-69/6193-09
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest cykloheksanol odczynnikowy, otrzymywany syntetycznie z fenolu lub benzenu. Cykloheksanol ma:

a) wzór sumaryczny — $C_6H_{11}OH$

b) wzór strukturalny —



c) masę molową — 100,16 g/mol (1971).

Cykloheksanol jest łatwopalny i toksyczny, z wodą tworzy mieszaninę azeotropową.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości, różni się dwa gatunki cykloheksanolu odczynnikowego:

cz.d.a. — czysty do analizy,

cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia cykloheksanolu czystego do analizy:

CYKLOHEKSANOL cz.d.a. BN-84/6193-09

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Cykloheksanol powinien mieć postać higroskopijnych kryształów lub bezbarwnej cieczy o zapachu zbliżonym do zapachu kamfory i powinien być wolny od zanieczyszczeń mechanicznych dostrzegalnych nieuzbrojonym okiem.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne — wg tablicy.

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Cykloheksanolu, % (m/m), nie mniej niż	99,0	98,0
b) Cykloheksanonu, % (m/m), nie więcej niż	0,2	0,4
c) Współczynnik załamania światła, n_D^{25}	1,463 ÷ 1,465	
d) Temperatura krystalizacji, °C, nie mniej niż	23	22
e) Substancji nielotnych, % (m/m), nie więcej niż	0,01	0,02

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Cykloheksanol należy pakować w bębny stalowe pojemności 200 l wg BN-76/5046-01, BN-76/5046-02 i BN-76/5046-03 zamykane nakrętką metalową, zaopatrzoną w uszczelkę odporną na działanie środków chemicznych.

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

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii,
- datę produkcji,
- znak niebezpieczeństwa dla produktów łatwopalnych wg PN-76/O-79252 p. 2.3.4 i napisy: kl RID/ADR 3, „Ostrożnie, środek szkodliwy“.

Konfekcjonowanie produktu w mniejsze opakowania przeprowadza dystrybutor cykloheksanolu odczynnikowego.

Zgłoszona przez Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego „Polskie Odczynniki Chemiczne”
dnia 25 czerwca 1984 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1985 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1984 poz. 23)

Cykloheksanol 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 i uszczelką odporną na działanie środków chemicznych. Pojemność butelek — 1000 ml. Butelki należy znakować wg PN-70/C-80001 p. 4 i zaopatrzyć w napisy: kl 3 RID/ADR, „Ostrożnie, środek szkodliwy“.

Cykloheksanol w butelkach należy pakować w opakowania transportowe o wymiarach zgodnych z PN-78/O-79021 alternatywnie:

- a) kontenery drewniane zamknięte lub kontenery typu 2 z tworzywa sztucznego,
- b) skrzynie drewniane zamknięte,
- c) pojemniki PKP drewniane zamknięte, samojezdne, o powierzchni 1 m².

Pojedyncze butelki należy zabezpieczyć przed przesuwaniem środkiem amortyzującym.

4.2. Przechowywanie. Cykloheksanol należy przechowywać w opakowaniach wg 4.1 w pomieszczeniach suchych i zadaszonych w temperaturze nie wyższej niż 30°C.

Cykloheksanol w bębnach należy ustawiać w 1 warstwie, w opakowaniach transportowych w 1 lub 2 warstwach.

Okres gwarancji dla cykloheksanolu opakowanego i przechowywanego jak wyżej wynosi 2 lata.

4.3. Transport. Cykloheksanol należy przewozić dowolnymi środkami transportu wg PN-70/C-80001 p. 6, zgodnie z obowiązującymi przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾.

Sztuki przesyłki zawierające cykloheksanol w naczyniach tłukących się powinny być zaopatrzone w nalepkę wg wzoru nr 9 i nr 8 (lm. 307, p. 2. RID i lm. 2307, p. 2 ADR).

Cykloheksanol w bębnach należy ustawiać w środku transportowym w jednej warstwie, opakowania transportowe w 1 lub 2 warstwach.

5. BADANIA

5.1. Wielkość partii. Partię cykloheksanolu odczynnikowego u producenta stanowi zawartość nie więcej niż 10 bębnow.

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

Próbki u producenta należy pobierać zaraz po przygotowaniu partii do odbioru, przed zakrzepnięciem produktu oraz u odbiorcy po rozgrzaniu produktu.

Do przygotowania średniej próbki laboratoryjnej należy wybrać losowo co najmniej 4 bębny lub 5 butelek, pobierając z każdego bębna lub butelki próbkę jednostkową w ilości około 200 ml.

Średnia próbka laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 500 ml.

5.3. Opis badań

5.3.1. Sprawdzanie wyglądu. Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy wewnętrznej około 25 mm wlać

tyle cykloheksanolu, aby wysokość słupa cieczy wynosiła 100 mm. Sprawdzanie wyglądu przeprowadzić w sposób wizualny w świetle rozproszonym w temperaturze 25°C.

5.3.2. Oznaczanie zawartości cykloheksanolu i cykloheksanonu metodą chromatografii gazowej

5.3.2.1. Aparatura

a) Laboratoryjny chromatograf gazowy wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny i termostat kolumny.

b) Kolumna chromatograficzna szklana lub ze stali nierdzewnej o długości 2,5 m i średnicy wewnętrznej 6 mm.

Jako wypełnienie kolumny chromatograficznej należy stosować chromosorb WAW o uziarnieniu 0,18 ÷ 0,25 mm (60 ÷ 80 mesh) z naniesionym glikolem polietylenowym 20 M (Carbowax 20 M) w ilości 10 % (m/m).

Można stosować kolumnę chromatograficzną o innych parametrach lub inne wypełnienie, które zabezpieczy pełny rozdział piku cykloheksanolu od pików zanieczyszczeń organicznych.

5.3.2.2. Gaz nośny i gazy pomocnicze

a) Argon gazowy cz. 45 wg BN-80/6017-16 lub azot techniczny sprężony wg PN-71/C-84912.

b) Wodór elektrolityczny sprężony wg PN-61/C-84908.

c) Powietrze techniczne sprężone wg PN-74/C-84913.

5.3.2.3. Warunki pracy chromatografu. Zaleca się stosować następujące warunki pracy:

- a) temperaturę termostatu kolumny: 100°C,
- b) temperaturę dozownika: 160°C,
- c) temperaturę detektora: 160°C,
- d) natężenie przepływu gazu nośnego: 30 ml/min,
- e) szybkość przesuwu taśmy rejestratora: 10 mm/min,
- f) wielkość wprowadzonej próbki: 0,5 µm.

5.3.2.4. Przygotowanie próbki do analizy. W kolbie stożkowej pojemności 100 ml z doszlifowanym korkiem odważyć około 50 ml ciekłego cykloheksanolu z dokładnością do 0,0002 g, a następnie odważyć z tą samą dokładnością cykloheksanonu, jako wzorca wewnętrznego w takiej ilości, aby jego zawartość w próbce wynosiła około 0,2 ÷ 0,4% (m/m) i wymieszać.

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

Parametry pracy detektora powinny zabezpieczać oznaczanie zanieczyszczeń w cykloheksanolu z wykrywalnością $2 \times 10^{-3}\%$ i powtarzalnością $\pm 10\%$ względnych.

W warunkach podanych w 5.3.2.3 wykonać chromatogram próbki przygotowanej wg 5.3.2.4 oraz próbki cykloheksanolu bez dodatku wzorca wewnętrznego (czas retencji cykloheksanonu względem cykloheksanolu wynosi 0,6).

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Chromatogram należy rejestrować do upływu podwójnej wartości czasu między początkiem chromatogramu, a maksimum pików cykloheksanolu¹⁾.

Jednym ze sposobów stosowanych w chromatografii gazowej zmierzyć pole powierzchni pików cykloheksanolu na chromatogramie próbki bez dodatku wzorca wewnętrznego oraz pole powierzchni pików wszystkich składników, oprócz pików cykloheksanolu na chromatogramie próbki z dodatkiem wzorca wewnętrznego.

5.3.2.6. Obliczanie wyników. Zawartość cykloheksanolu obliczyć w procentach (X_1) wg wzoru

$$X_1 = \frac{S_1 \cdot a}{S_2 - S_1} \quad (1)$$

w którym:

S_1 — pole powierzchni pików cykloheksanolu na chromatogramie próbki bez dodatku wzorca, mm^2 ,

a — dodatek wzorca (cykloheksanolu), % (m/m),

S_2 — pole powierzchni pików cykloheksanolu na chromatogramie próbki z dodatkiem wzorca, mm^2 .

Zawartość cykloheksanolu obliczyć w procentach (X_2) wg wzoru

$$X_2 = 100 - X_1 - \sum X_3 \quad (2)$$

w którym $\sum X_3$ — sumaryczna zawartość zanieczyszczeń organicznych, oprócz cykloheksanolu, % (m/m).

Zawartość zanieczyszczeń organicznych należy obliczyć tak samo, jak zawartość cykloheksanolu, podstawiając do wzoru w miejsce S_1 w liczniku — pole powierzchni pików oznaczanego zanieczyszczenia.

¹⁾ Przykład przebiegu analizy pokazano na chromatogramach 1, 2 w p. 6. Informacji dodatkowych.

5.3.2.7. Wynik końcowy oznaczenia. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,05% względnych dla cykloheksanolu i o 10% względnych dla cykloheksanolu.

5.3.3. Oznaczanie współczynnika załamania światła należy wykonać w refraktometrze Abbego w temperaturze 25°C, zgodnie z instrukcją obsługi aparatu.

5.3.4. Oznaczanie temperatury krystalizacji należy wykonać wg PN-81/C-04514.

5.3.5. Oznaczanie zawartości substancji nielotnych. W szklanej parownicy wysuszonej w temperaturze 120°C do stałej masy i zważonej z dokładnością do 0,0002 g umieścić 50 g (53 ml) badanego cykloheksanolu i odparować do sucha na łaźni wodnej. Pozostałość po odparowaniu wysuszyć do stałej masy w temperaturze 120°C i zważyć z tą samą dokładnością.

Badany cykloheksanol odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 5 mg,

dla odczynnika cz. — 10 mg.

5.4. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3.3.2 (metoda Z).

5.5. Ocena wyników badań. Partię cykloheksanolu należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki wszystkich badań odpowiadają wymaganiom wg 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. 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-69/6193-09

a) wprowadzono oznaczanie zawartości głównego składnika, tj. cykloheksanolu i cykloheksanolu metodą chromatografii gazowej zamiast oznaczania granic temperatury wrzenia,

b) wyeliminowano oznaczanie zawartości fenolu ze względu na jego nieobecność w cykloheksanolu odczynnikowym,

c) podniesiono zawartość substancji nielotnych ze względu na dokładność metody oznaczania.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-04514 Oznaczanie temperatury krystalizacji substancji organicznych

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-61/C-84908 Wodór techniczny sprężony

PN-71/C-84912 Azot sprężony techniczny

PN-74/C-84913 Powietrze sprężone

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

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

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. Wymagania i badania

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

BN-80/6017-16 Argon gazowy czysty 45

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych PMN (Dz. TiZK nr 20, poz. 84 z 1968 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Regulamin międzynarodowy dla przewozu koleją towarów niebezpiecznych (Dz. TiZK nr 1 z 1969 r.) wraz z późniejszymi zmianami klasa 3, l.m. 301, p. 4 (RID)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej (Załącznik do umowy SMGS) — (Dz. TiZK nr 7 z 1966 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Umowa europejska o międzynarodowym drogowym przewozie towarów niebezpiecznych (Dz. U. nr 35 z 1975 r.) wraz z późniejszymi zmianami klasa 3, l.m. 2301, p. 4 (ADR)

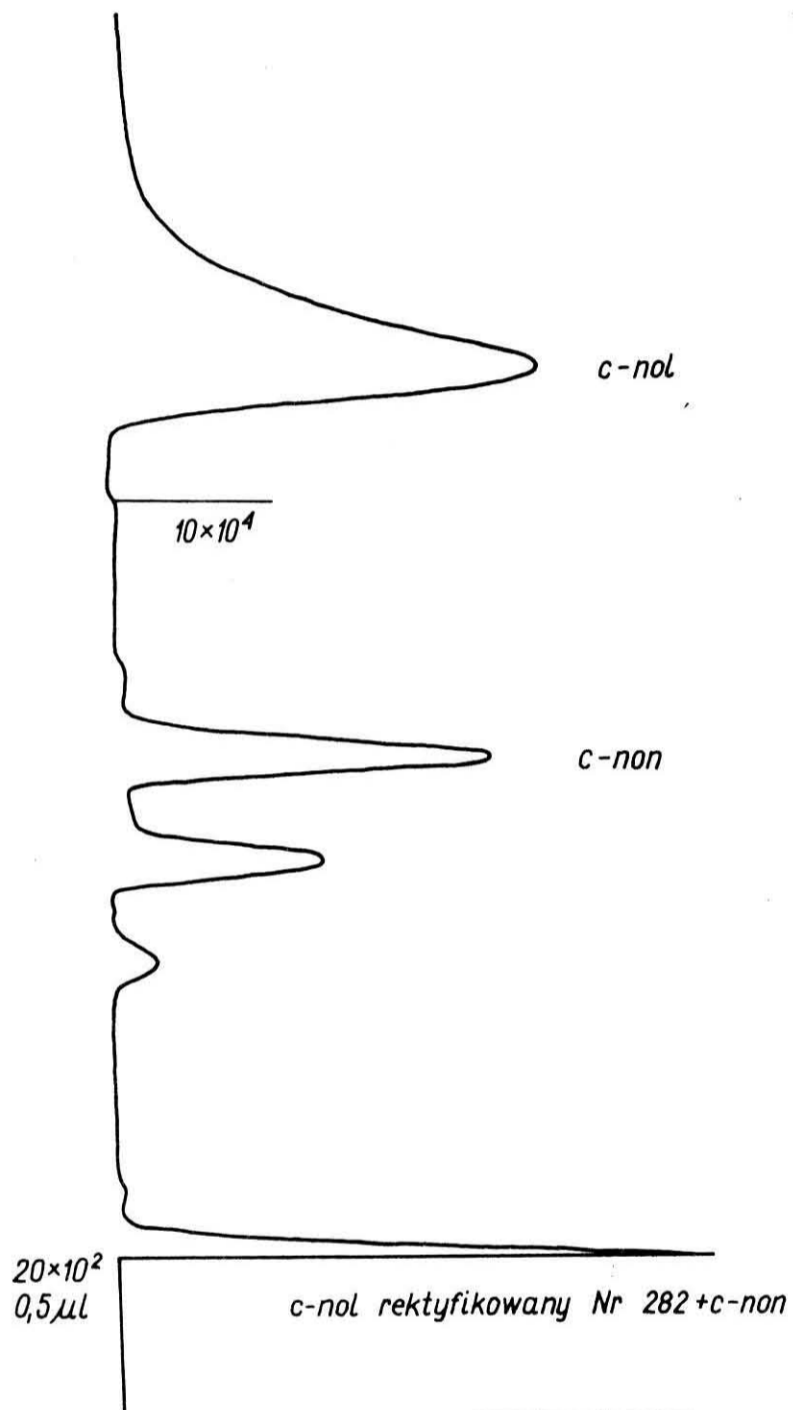
4. Symbol wg SWW

dla gat. cz.d.a. 1331-112,

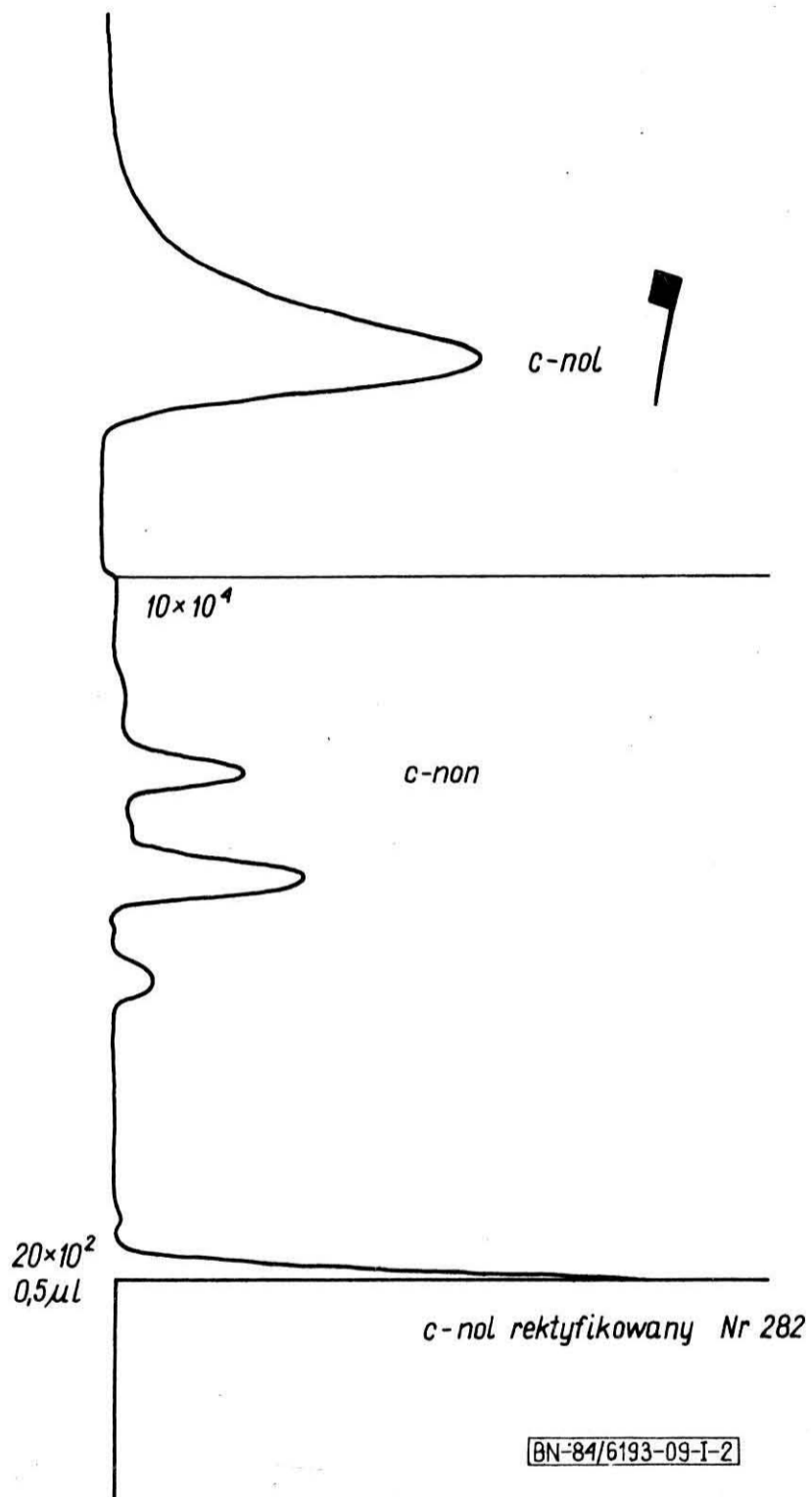
dla gat. cz. 1331-422.

5. Autor projektu normy — mgr inż. Krystyna Szymczak, Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie.

6. Przykład przebiegu analizy na chromatogramach — wg rys. I-1 i I-2.



BN-84/6193-09-I-1



BN-84/6193-09-I-2