

|                        |                |                       |
|------------------------|----------------|-----------------------|
| PRODUKTY<br>ORGANICZNE | NORMA BRANŻOWA | BN-77                 |
|                        | Kapolaktam     | 6026-04               |
|                        |                | Grupa katalogowa X 21 |

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest kaprolaktam czyli laktam kwasu *E*-aminokaproнового, otrzymywany z oksymu cykloheksanonu w reakcji przegrupowania Beckmanna.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Kaprolaktam stosowany jest jako surowiec do produkcji tworzywa poliamidowego, z którego wytwarza się włókno, folie, kształtki techniczne i galanteryjne oraz żyłkę.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od wielkości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki kaprolaktamu oznaczone kolejno: I, II.

**2.2. Postacie.** Kaprolaktam produkowany jest w postaci ciekłej i krystalicznej.

**2.3. Przykład oznaczenia kaprolaktamu gatunku I:**

KAPROLAKTAM I BN-77/6026-04

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wygląd zewnętrzny.** Kaprolaktam powinien być produktem krystalicznym barwy białej lub cieczą klarowną. Nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych.

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

Tablica 1

| Wymagania   | Gatunki   |           |
|---|-----------|-----------|
|   | I         | II        |
| a) Liczba manganowa 3-procentowego wodnego roztworu, s, najmniej                          | 3000      | 1500      |
| b) Barwa 50-procentowego wodnego roztworu wg skali Pt-Co, stopnie, najwyżej <sup>1)</sup> | 10        | 15        |
| c) Lotne zasady, milirównoważnik na kg, najwyżej  | 1,0       | 1,2       |
| d) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niższa niż <sup>2)</sup>                              | 68,5      | 68,5      |
| e) Odczyn 10-procentowego wodnego roztworu, pH <sup>2)</sup>                              | 5,5 ÷ 6,5 | 5,5 ÷ 6,5 |

<sup>1)</sup> Wartość gwarantowana w ciągu 1 miesiąca od daty wysyłki.  
<sup>2)</sup> Wartość gwarantowana; oznaczanie wykonuje się w razie reklamacji.

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Kaprolaktam krystaliczny należy pakować do worków polietylenowych wg BN-70/6414-06, umieszczonych w pięciowarstwowych workach papierowych wg PN-76/P-79005, lub worków samonośnych z tworzyw sztucznych w ilości najwyżej 40 kg, o wymiarach i sposobie zamknięcia zgodnych z PN-68/O-79027. Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się inny rodzaj opa-

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA  
 Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia PETROCHEMIA dnia 21 lutego 1977 r.  
 jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 października 1977 r.  
 (Dz. Norm. i Miar nr 10/1977 poz. 33)

kowania, zabezpieczający produkt w sposób co najmniej równy jak ww. opakowanie, mający wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-64/O-79021. W przypadku stosowania paletyzacji jednostki ładunkowe należy formować na paletach  $800 \times 1200$  mm. Ładunek na palecie powinien być zabezpieczony przed przesuwaniem się i deformacją.

Kaprolaktam ciekły należy dostarczać w cysternach ze stali kwasoodpornej w atmosferze azotu. Cysterny powinny być zaopatrzone w urządzenia do ogrzewania wodą o temperaturze do  $90^{\circ}\text{C}$ , lub niskociśnieniową parą, oraz izolowane.

Na każdym opakowaniu należy umieścić napis zawierający:

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.3,
- numer partii,
- masę brutto i netto.

**4.2. Przechowywanie.** Kaprolaktam krystaliczny należy przechowywać w suchych pomieszczeniach, układając worki warstwami do wysokości najwyżej 7 warstw. Kaprolaktam krystaliczny przechowywany przy wilgotności względnej do 50% w temperaturze  $35^{\circ}\text{C}$  i przy wilgotności względnej do 75% w temperaturze  $15^{\circ}\text{C}$  w zamkniętym opakowaniu nie zmienia jakości, z wyjątkiem wymagania wg 3.2b).

Kaprolaktam ciekły należy przechowywać tylko w zbiornikach magazynowych w temperaturze do  $95^{\circ}\text{C}$  w atmosferze azotu nie dłużej niż 48 godzin.

**4.3. Transport kaprolaktamu krystalicznego** powinien odbywać się w warunkach uniemożliwiających zanieczyszczenie i zawilgocenie produktu. Ułożenie i zabezpieczenie ładunku powinno być zgodne z Przepisami o ładowaniu i wyładowywaniu wagonów towarowych w komunikacji wewnętrznej.

Transport kaprolaktamu ciekłego w cysternach powinien odbywać się w ciągu najwyżej 6 dni. W transporcie należy unikać zderzenia się cystern, by nie dopuścić do uszkodzenia oprzyrządowania cysterny.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- sprawdzenie wyglądu zewnętrznego (3.1),
- oznaczanie liczby manganowej 3-procentowego wodnego roztworu (3.2a),
- oznaczanie barwy 50-procentowego wodnego roztworu (3.2b),
- oznaczanie zawartości lotnych zasad (3.2c),
- oznaczanie temperatury krzepnięcia (3.2d),
- oznaczanie odczynu 10-procentowego wodnego roztworu (3.2e).

**5.2. Wielkość partii.** Partię produktu krystalicznego stanowi najwyżej 40 t, zaś produktu ciekłego zawartość jednej cysterny.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek i przygotowaniu średniej próbki laboratoryjnej należy stosować wytyczne PN-67/C-04500.

Z każdej partii produktu krystalicznego, w zależności od liczności partii, należy wybrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

| Liczba opakowań w partii | Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek |
|--------------------------|---|
| do 15                    | 5   |
| $16 \div 25$             | 7   |
| $26 \div 63$             | 8   |
| powyżej 63               | 9   |

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać próbnikiem 15 wg PN-74/C-60008 po 2 próbki pierwotne, każda o masie co najmniej 200 g.

Dopuszcza się u producenta pobieranie próbek podczas pakowania produktu krystalicznego, przez automatyczne lub ręczne odsypywanie w równomiernych odstępach czasu  $5 \div 9$  próbek pierwotnych o masie co najmniej 200 g w trakcie przygotowywania partii.

Pobrane próbki pierwotne należy wsypać do czystego naczynia i dobrze wymieszać. Z tak przygotowanej próbki ogólnej należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 0,5 kg.

Próbki pierwotne kaprolaktamu ciekłego z cysterny należy pobierać próbnikiem 1 wg PN-74/C-60008 lub pipetą szklaną z całej wysokości słupa cieczy. Należy pobrać 5 próbek, każda o objętości  $200 \text{ cm}^3$ .

Dopuszcza się pobieranie próbek u producenta ze zbiorników, z których napełniane są opakowania transportowe. W tym przypadku próbki należy pobierać z trzech poziomów:  $1/_{10}$ ,  $5/_{10}$  i  $9/_{10}$  słupa cieczy, przy czym z poziomów  $1/_{10}$  i  $9/_{10}$  po jednej próbce, a z poziomu  $5/_{10}$  — trzy próbki.

Pobrane próbki pierwotne wlać do czystego naczynia i dobrze wymieszać. Z tak przygotowanej próbki ogólnej należy pobrać średnią próbkę laboratoryjną w ilości co najmniej 0,5 kg. Średnią próbkę laboratoryjną kaprolaktamu ciekłego należy stosować do oznaczeń dopiero po zestaleniu się próbki i rozdrobnieniu jej metalową szpachelką.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego** należy wykonać wizualnie.

#### 5.4.2. Oznaczanie liczby manganowej 3-procentowego wodnego roztworu kaprolaktamu

**5.4.2.1. Określenia.** Liczba manganowa jest miarą czystości kaprolaktamu pod względem zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy. Liczba manganowa wyrażona jest czasem, w sekundach, liczonym od chwili dodania 1 cm<sup>3</sup> 0,01N roztworu nadmanganianu potasowego do 100 cm<sup>3</sup> 3-procentowego roztworu wodnego kaprolaktamu do momentu, kiedy zabarwienie tego roztworu zrówna się z zabarwieniem roztworu wzorcowego.

**5.4.2.2. Warunki wykonywania oznaczania.** Oznaczanie należy wykonywać w pomieszczeniu laboratoryjnym wolnym od zapylenia i zanieczyszczeń atmosferycznych, mogących mieć wpływ na wynik oznaczania.

##### 5.4.2.3. Aparatura i przyrządy

a) Urządzenie termostatyczne wypełnione wodą o temperaturze  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ , służące do umieszczenia cylindrów kolorymetrycznych. Od dołu cylindry oświetlone są świetłówką 20 W.

b) Cylindry kolorymetryczne z bezbarwnego szkła o średnicy  $31 \div 32$  mm z kreską oznaczającą pojemność 100 cm<sup>3</sup>.

c) Kolby pomiarowe pojemności 200 cm<sup>3</sup>.

d) Waga techniczna o dokładności do 0,1 g.

e) Sekundomierz.

f) Pehametr sprawdzony w temperaturze  $20^\circ\text{C}$  na bufor o pH 6,0.

##### 5.4.2.4. Odczynniki i roztwory

a) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,01N przygotowany raz na trzy dni przez rozcieńczenie 0,1N roztworu.

b) Roztwór wzorcowy: odważyć 6,000 g azotan kobaltowego  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  cz.d.a. rozpuścić w wodzie redetylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą redetylowaną do kreski i wymieszać (roztwór A).

Następnie odważyć 0,024 g dwuchromianu potasowego cz.d.a. rozpuścić w wodzie redetylowanej w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą redetylowaną do kreski i wymieszać (roztwór B).

Roztwory A i B są trwałe w ciągu 1 miesiąca.

Do sporządzania wzorca pobrać pipetą po 50 cm<sup>3</sup> roztworu A i B do cylindra kolorymetrycznego pojemności 100 cm<sup>3</sup> i wymieszać. Otrzymany w ten sposób roztwór wzorcowy zawiera w 1 cm<sup>3</sup> 3 mg azotan kobaltowego  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  i 0,012 mg dwuchromianu potasowego.

Roztwór wzorcowy należy przechowywać pod zamknięciem i przygotowywać świeżo co 3 dni.

c) Bufor octanowy o pH 6,0 sporządzony wg PN-76/C-06501 p. 3.3.2.5 na wodzie redetylowanej bez CO<sub>2</sub> przygotowanej wg PN-68/C-06500.

d) Woda redetylowana wolna od substancji redukujących, o temperaturze  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ . Wodę świeżo przedetylowaną doprowadzić do pH  $6,2 \div 6,4$  przez wygotowanie lub dodatek roztworu wodorotlenku sodowego albo kwasu siarkowego.

Pomiar pH wody wykonać na pehametrze sprawdzonym uprzednio na buforze o pH 6,0. Tak przygotowaną wodę najlepiej umieścić w butli z dolnym tubusem lub zaopatrzonej w lewar i zabezpieczonej przed dostępem dwutlenku węgla za pomocą rurki z wapnem sodowanym lub płuczki z 30-procentowym roztworem wodorotlenku sodu. Przygotowana woda powinna być odpowiednia do wykonania następującego badania: do 100 cm<sup>3</sup> wody dodać 1,0 cm<sup>3</sup> 0,01N roztworu nadmanganianu potasowego. Zabawienie roztworu nie powinno się zmieniać w sposób widoczny w ciągu co najmniej 3 godz w stosunku do roztworu świeżo przygotowanego.

Jeśli warunek ten nie jest spełniony, należy przygotować świeżą wodę lub przedetylować z dodatkiem nadmanganianu potasowego.

**5.4.2.5. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 6,0 g kaprolaktamu uprzednio rozartego w moździerzu, po czym rozpuścić go zaraz w wodzie redetylowanej, przygotowanej wg 5.4.2.4d) w kolbie pojemności 200 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą redetylowaną do kreski i wymieszać. Czysty cylinder kolorymetryczny przepłukać tak sporządzonym roztworem, po czym napełnić nim cylinder do kreski i wstawić do urządzenia termostatycznego wypełnionego wodą o temperaturze  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ . Obok ustawić drugi cylinder napełniony do kreski roztworem wzorcowym.

Po 10 min do cylindra z roztworem kaprolaktamu dodać 1,0 cm<sup>3</sup> roztworu nadmanganianu potasowego. Równocześnie włączyć sekundomierz i wymieszać roztwór pręcikiem szklanym o spiralnym zakończeniu. Porównać zabawienie obu roztworów i zamknąć sekundomierz w momencie, gdy zabawienie badanego roztworu osiągnie zabawienie roztworu wzorcowego. Zanotować czas w sekundach.

W przypadku uzyskania różnicy zabawień uniemożliwiającej porównanie badanego roztworu, oznaczanie należy powtórzyć.

**5.4.2.6. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 10% wyniku średniego. Ostateczny wynik należy podać z dokładnością do 50 s.

#### 5.4.3. Oznaczanie barwy 50-procentowego wodnego roztworu kaprolaktamu

**5.4.3.1. Określenie.** Barwa roztworu jest miarą zawartości rozpuszczalnych w wodzie zanieczyszczeń, dających żółte zabawienie roztworu. Jednostką barwy jest stopień skali platynowo-

-kobaltowej, odpowiadający zabarwieniu 1 mg Pt/dm<sup>3</sup> (jednostka barwy Hazena, wzgl. APHA).

#### 5.4.3.2. Przyrządy

a) Cylindry kolorymetryczne z bezbarwnego szkła z dnem lustrzanym o średnicy 31 ÷ 32 mm, z kreską oznaczającą pojemność 100 cm<sup>3</sup>.

b) Waga techniczna o dokładności do 0,1 g.

5.4.3.3. Przygotowanie skali wzorców wykonać wg BN-71/6020-02, używając podwójnej objętości roztworów podstawowych i dopełniając je do objętości 100 cm<sup>3</sup> wg tabl. 3.

Tablica 3

| Objętość roztworu podstawowego<br>cm <sup>3</sup> | Barwa<br>°Pt—Co |
|---|-----------------|
| 1,0   | 5               |
| 2,0   | 10              |
| 3,0   | 15              |
| 4,0   | 20              |
| 5,0   | 25              |

5.4.3.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć 75,0 g kaprolaktamu w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 75 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej. Otrzymanym roztworem przepłukać cylinder kolorymetryczny, po czym napełnić nim cylinder do kreski i porównać jego zabarwienie ze skalą roztworów wzorcowych od 5 do 30°, umieszczonych w identycznych cylindrach. Dobrać odpowiedni wzorzec do barwy badanego roztworu, patrząc prostopadle w dół przez cylinder umieszczony nad białym tłem.

Należy unikać bezpośredniego światła słonecznego lub zabarwionego.

#### 5.4.4. Oznaczanie zawartości lotnych zasad

5.4.4.1. Zasada oznaczania polega na oddestylowaniu z parą wodną lotnych zasad z roztworu kaprolaktamu w obecności wodorotlenku sodowego. Zasady pochłaniane są w roztworze kwasu borowego i następnie miareczkowane roztworem kwasu solnego.

#### 5.4.4.2. Aparatura i przyrządy

a) Zestaw destylacyjny wg rysunku na str. 5, składający się z:

- kociołka do destylacji z parą wodną (1),
- rurki bezpieczeństwa (2) o długości 1000 mm sięgającej do dna kociołka,
- płaszcza grzejnego (3) o średnicy 45 mm i długości 450 mm,
- rury destylacyjnej (4) o średnicy 27 mm i długości 400 mm, umieszczonej współosiowo w płaszczy grzejnym (3),
- rurki syfonowej (5) o średnicy 4 mm i długości 180 mm, sięgającej do dna rury destylacyjnej (4), uciętej na końcu ukośnie,
- lejka do wprowadzania płynów (6) o śred-

nicy 30 mm i wysokości 50 mm, połączonego pod kątem 45° do osi aparatu,

— zatyczki doszlifowanej (7) o średnicy 8 mm, wysokości 70 mm,

— wlotu pary (8) do płaszcza grzejnego (3) ustawionego pod kątem 45° do osi aparatu,

— wylotu pary i skroplin (9),

— łapacza kropel (10),

— węża gumowego ze ściskaczem śrubowym (11),

— trójkąta szklanego (12) zakończonego ściskaczem śrubowym, służącego do odprowadzenia pary w czasie napełniania lub przemywania aparatu,

— chłodnicy (14) o średnicy 11 mm i długości 500 mm, połączonej rurką zgiętą pod kątem 45° z łapaczem kropli (10),

— kolby stożkowej szerokoszyjnej (15) pojemności 100 cm<sup>3</sup>, służącej jako odliczalnik.

b) Waga techniczna o dokładności do 0,1 g.

#### 5.4.4.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas borowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1N przygotowany przez rozcieńczenie 0,1N roztworu.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

d) Wskaźnik mieszany przygotowany przez zmieszanie równych objętości 0,2-procentowego alkoholowego roztworu czerwieni metylowej i 0,1-procentowego alkoholowego roztworu błękitu metylenowego.

5.4.4.4. Wykonanie oznaczania. Przed rozpoczęciem destylacji należy przepłukać zestaw destylacyjny parą wodną przy zamkniętych ściskaczach wylotowych.

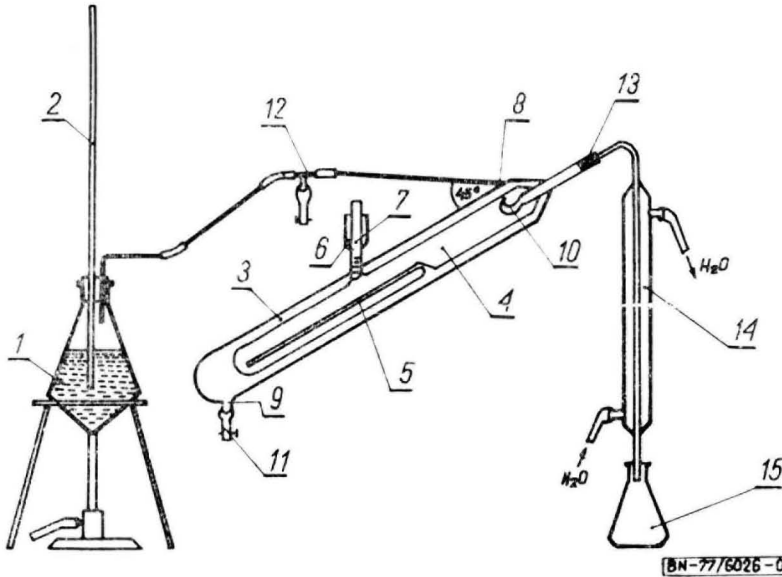
W zlewce rozpuścić 15,0 g kaprolaktamu w 10 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej. Roztwór przenieść przez lejek (6) do rury destylacyjnej (4), przemywając zlewkę małymi porcjami wody redestylowanej tak, aby łączna objętość wody przemawajacej nie przekraczała 10 cm<sup>3</sup>. Lejek (6) zamknąć zatyczką (7), wlać do lejka (6) 10 cm<sup>3</sup> roztworu wodorotlenku sodowego i podnosząc zatyczkę (7) wlać zawartość do rury destylacyjnej (4). Zamknąć lejek i napełnić go 5 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej w celu uszczelnienia.

Do odbieralnika (15) wlać 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu borowego, 10 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej, 3 krople roztworu wskaźnika mieszanego i odbieralnik podłączyć do zestawu.

Przez zestaw destylacyjny przepuścić parę wodną i destylować tak, aby sumarycznie czas destylacji trwał 15 min. Wynurzyć wylot chłodnicy (14) z roztworu w odbieralniku i przepuszczać parę jeszcze przez 2 min. Zawartość w odbieralniku miareczkować roztworem kwasu solnego do zabarwienia zgodnego ze ślepą próbą. Równole-

gle przeprowadzić destylację w takich samych warunkach ślepej próby bez kaprolaktamu.

**5.4.5.2. Wykonanie oznaczania.** Do probówki wg 5.4.5.1b) wsypać około 10 g kaprolaktamu. Pro-



Zawartość lotnych zasad ( $X$ ) obliczyć w milirównoważnikach na kg, wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot 0,01}{15} \cdot 1000 = (V - V_0) \cdot 0,66$$

w którym:

- $V$  — objętość 0,01N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania badanej próby,  $\text{cm}^3$ ,
- $V_0$  — objętość ściśle 0,01N roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania ślepej próby,  $\text{cm}^3$ ,
- 0,01 — ilość milirównoważników lotnych zasad odpowiadająca 1  $\text{cm}^3$  0,01N roztworu kwasu solnego, milirównoważnik na  $\text{cm}^3$ .

**5.4.4.5. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2 milirównoważników na kg.

#### 5.4.5. Oznaczanie temperatury krzepnięcia

##### 5.4.5.1. Przyrządy

a) Termometr wg PN-60/M-53808 o zakresie pomiaru od 30 do 100°C, z podziałką co 0,2°C.

b) Probówka płaskodenna o średnicy 18 mm i wysokości 140 mm, do oznaczania temperatury krzepnięcia.

c) Probówka płaskodenna o średnicy około 40 mm i wysokości około 140 mm, która służy jako płaszcz szklany przy odczycie temperatury krzepnięcia. Na dnie probówki umieszczony jest zwykle korek. Od góry zamknięta jest korkiem z otworem o średnicy około 20 mm.

d) Zlewka o wysokości około 160 mm napełniona do  $\frac{3}{4}$  objętości olejem wazelinowym lub gliceryną, z umieszczonym w niej termometrem kontrolnym o zakresie od 0 do 150°C.

bówkę zatkać korkiem wraz z termometrem i następnie umieścić w zlewce z olejem lub gliceryną ogrzaną do temperatury  $80 \pm 5^\circ\text{C}$ . W czasie topienia kaprolaktamu należy go lekko mieszać termometrem, zwracając uwagę, aby temperatura stopionego kaprolaktamu nie przekraczała  $75^\circ\text{C}$ . Po osiągnięciu tej temperatury probówkę wyjąć z łaźni, otrzeć bibułą i przenieść do probówki wg 5.4.5.1c).

Stopiony kaprolaktam mieszać dalej lekko termometrem, obserwując oziębienie się stopu. W chwili wystąpienia zmętnienia zaprzestać mieszania, termometr ustawić w środku stopu tak, aby nie dotykał ścianek probówki i obserwować temperaturę, która w czasie krzepnięcia kaprolaktamu podnosi się i zatrzymuje przez jakiś czas na jednym poziomie.

Odczytać tę stałą temperaturę i przyjąć ją jako temperaturę krzepnięcia kaprolaktamu.

**5.4.5.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2°.

#### 5.4.6. Oznaczanie odczynu 10-procentowego wodnego roztworu kaprolaktamu

##### 5.4.6.1. Aparatura i przyrządy

- a) Waga techniczna o dokładności do 0,1 g.
- b) Pehametr sprawdzony w temperaturze 20°C na bufor o  $\text{pH}=6,0$ .

##### 5.4.6.2. Odczynniki i roztwory

- a) Bufor octanowy o  $\text{pH}=6,0$ , przygotowany wg 5.4.2.4c).
- b) Woda świeżo redestylowana o temperaturze  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ .

**5.4.6.3. Wykonanie oznaczania.** W zlewce pojemności 50  $\text{cm}^3$  odważyć 10,0 g kaprolaktamu,

rozpuścić w około 40 cm<sup>3</sup> wody redestylowanej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić wodą redestylowaną do kreski i wymieszać. Bezpośrednio po przygotowaniu roztworu zmierzyć jego pH na pehametrze według instrukcji dołączonej do danego aparatu w temperaturze 20°C. Zmierzyć również pH użytej wody.

Wynik pomiaru pH roztworu kaprolaktamu należy odnieść do wody o pH=5,6. W tym celu, w przypadku użycia wody o innym pH niż 5,6, do odczytanego na pehametrze pH roztworu kaprolaktamu należy dodać algebraiczną poprawkę,

wynikłą z różnicy między pH wody użytej do sporządzenia roztworu kaprolaktamu a pH=5,6.

**5.4.6.4. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się między sobą więcej niż o 0,2 pH.

**5.5. Zaokrąglanie i zapisywanie liczb.** Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy zaokrąglać i zapisywać zgodnie z PN-70/N-02120 metoda Z.

**5.6. Potwierdzenie producenta.** Każda partia powinna mieć potwierdzenie producenta o zgodności partii z wymaganiami normy.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Dotychczasowe normy.** Niniejsza norma zastępuje ZN-71/MPCh/Az-449 Kaprolaktam i WT-69/Za-43 Kaprolaktam ciekły.

#### 3. Normy i dokumenty związane

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

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

PN-60/M-53808 Termometr do pomiaru temperatury krzepnięcia metodą Zukowa

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb  
PN-64/O-79021 System wymiarowy opakowań

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

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

BN-71/6020-02 Oznaczanie barwy produktów organicznych

BN-70/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte, płaskie, bez fałd bocznych, zgrzewane

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

#### 4. Normy zagraniczne i zalecenia międzynarodowe

Bulgaria BDS 10780-73 Капролактam

NRD TGL 7430 Caprolactam

Rumunia STAS 7311-69 Капролактam

ZSRR ГОСТ 7850-74 Капролактam

RWPG PC 5043-73 Капролактam