

PRODUKTY ORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA		BN-82
	Cykloheksanon		6026-27
			Zamiast BN-78/6026-27
			Grupa katalogowa 1021

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest cykloheksanon rektyfikowany otrzymywany syntetycznie z benzenem lub fenolu.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Cykloheksanon stosowany jest jako surowiec w przemyśle włókien sztucznych i tworzyw sztucznych do otrzymywania E-kaprolaktamu oraz jako rozpuszczalnik w przemyśle farb i lakierów.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Rodzaje. W zależności od zastosowania rozróżnia się dwa rodzaje cykloheksanonu o określonym stopniu czystości:

- rodzaj I do syntezy organicznej,
- rodzaj II jako rozpuszczalnik.

2.2. Przykład oznaczenia cykloheksanonu rodzaju I:

CYKLOHEKSANON I BN-82/6026-27

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Cykloheksanon powinien być klarowną cieczą o dopuszczalnym lekko żółtym zabarwieniu i charakterystycznym zapachu, zbliżonym do zapachu mięty i acetonu. Powinien rozpuszczać się w alkoholu etylowym, eterze i benzenie. Nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych.

3.2. Wymagania szczegółowe - wg tablicy.

Wymagania	Rodzaje	
	I	II
a) Gęstość w temperaturze 20 °C, g/cm ³	0,944 ÷ 0,948	
b) Cykloheksanonu, %, nie mniej niż	99,8	99,6
c) Suma zawartości zanieczyszczeń organicznych, %, nie więcej niż	0,1	0,2
d) Wody, %, nie więcej niż	0,1	0,2

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Cykloheksanon należy dostarczać w cysternach stalowych. Po uzgodnieniu z odbiorcą dopuszcza się stosowanie innych opakowań, jeżeli zabezpieczą one produkt w takim samym stopniu, jak cysterny stalowe i mają wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań wg PN-78/O-79021.

Na każdej cysternie należy umieścić w sposób trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg 2, 2,
- znak ostrzegawczy dla produktów łatwo palnych wg PN-76/O-79252 p. 2. 3. 4.

Na każdej cysternie należy również umieścić wywieszkę zawierającą:

- numer partii i datę wysyłki,
- masę brutto i netto.

W przypadku eksportu sposób pakowania i znakowania należy każdorazowo uzgodnić z eksporterem.

4.2. Przechowywanie. Cykloheksanon należy przechowywać w zbiornikach stalowych, z dala od źródła ognia. Temperatura w pomieszczeniu nie powinna przekraczać 25 °C.

W zbiornikach wskazana jest atmosfera azotu. Cykloheksanon zaliczany jest do II klasy niebezpieczeństwa pożarowego.

4.3. Transport. Cykloheksanon należy przewozić w cysternach kolejowych zgodnie z obowiązującymi Przepisami o przewozie materiałów niebezpiecznych¹⁾. Cysterny należy uziemiać przy załadunku i przy wyładunku.

Producent gwarantuje jakość cykloheksanonu zgodnie z wymaganiami niniejszej normy, przy zachowaniu warunków przechowywania i transportu, do 30 dni od daty wysyłki dla produktu przeznaczonego do produkcji kaprolaktamu oraz do 6 miesięcy dla produktu stosowanego jako rozpuszczalnik.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zgłoszona przez Ośrodek Normalizacji Instytutu Ciężkiej Syntezy Organicznej BLACHOWNIA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 18 września 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1983 poz. 6)

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzanie wyglądu (3.1),
- b) oznaczanie gęstości (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości cykloheksanonu (3.2b),
- d) oznaczanie sumy zawartości zanieczyszczeń organicznych (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości wody (3.2d).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu stanowi zawartość jednej cysterny.

5.3. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek należy stosować ogólne wytyczne wg PN-73/C-04333. Z każdej cysterny należy pobrać 5 próbek pierwotnych z całej wysokości stupa cieczy, rurą zgłębnikową wg PN-73/C-04333 rys. 2. Objętość próbki pierwotnej powinna wynosić co najmniej 200 cm³. Próbki pierwotne należy umieścić w czystym, suchym naczyniu i dobrze wymieszać. Z tak przygotowanej próbki ogólnej przygotować średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 0,5 kg.

Próbek do analizy rozjemczej nie przechowuje się.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzanie wyglądu. Do cylindra z bezbarwnego szkła o średnicy wewnętrznej około 25 mm wlać tyle cykloheksanonu, aby wysokość stupa cieczy wynosiła 100 mm. Sprawdzenie wyglądu przeprowadzić w sposób wizualny w świetle rozproszonym.

5.4.2. Oznaczanie gęstości należy wykonać wg PN-66/C-04004 p. 2.1 w temperaturze 20 °C, stosując areometr z działką elementarną co 0,001 g/cm³.

5.4.3. Oznaczanie zawartości cykloheksanonu i sumy zanieczyszczeń organicznych metodą chromatografii gazowej

5.4.3.1. Aparatura

a) Laboratoryjny chromatograf gazowy wyposażony w detektor płomieniowo-jonizacyjny i termostat kolumny o zakresie temperatury do 200 °C.

b) Kolumna chromatograficzna szklana lub ze stali nierdzewnej o dowolnej długości i średnicy.

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

Można stosować inne wypełnienie jak np. Carbowax 1500, polimetylofenylosiloksan (PMFS-4), lub 1, 2, 3 (trój β-cyanoetoksy) – propan pod warunkiem, że zabezpieczy ono pełny rozdział pików cykloheksanonu od pików zanieczyszczeń organicznych.

5.4.3.2. Warunki pracy chromatografu. Zaleca się stosowanie następujących warunków pracy:

- a) długości kolumny – 2,5 m,
- b) średnicy kolumny – 4 mm,
- c) temperatury kolumny – 100 °C,
- d) temperatury dozownika – 160 °C,
- e) temperatury detektora – 160 °C,
- f) szybkości przepływu argonu – 30 cm³/min,
- g) przesuwu taśmy rejestratora – 10 mm/min,
- h) wielkości wprowadzonej próbki – 0,5 mm³.

5.4.3.3. Wykonanie chromatogramu. Chromatogram rejestrować do upływu podwójnej wartości czasu między pikiem cykloheksanonu a pikiem najpóźniej eluującego składnika, licząc od maksimum pików tego ostatniego.

Podczas rejestrowania pików głównego składnika należy przełączyć czułość tak, aby główny składnik cykloheksanonu rejestrowany był w całości.

Powierzchnie pików obliczyć jednym ze sposobów, stosowanym w technice chromatografii gazowej.

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 cykloheksanonie z wykrywalnością 1 · 10⁻³ % i powtarzalnością ±10 % względnych.

5.4.3.4. Obliczanie wyników. Zawartość cykloheksanonu i zanieczyszczeń organicznych obliczyć na podstawie pików metodą normalizacji wewnętrznej.

Zawartość sumaryczną zanieczyszczeń organicznych (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{S_1 \cdot 100}{S} \quad (1)$$

w którym:

S₁ – suma powierzchni pików wszystkich składników z wyjątkiem pików cykloheksanonu,

S – suma powierzchni pików wszystkich składników.

Zawartość cykloheksanonu (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = 100 - X_1 - X_2 \quad (2)$$

w którym:

X₁ – zawartość zanieczyszczeń organicznych, %,

X₂ – zawartość wody oznaczona wg 5.4.4, %.

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

5.4.4. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać metodą K. Fischera wg PN-81/C-04959 p. 2.6.2b) lub wg BN-67/6020-01.

Wielkość odważki do oznaczania około 5 g. Jako rozpuszczalnik należy stosować samą pirydynę. Miareczkowanie

należy prowadzić szybko przy czym, dopuszcza się wizualny sposób przeprowadzania miareczkowania.

5.5. Interpretacja wyników. Wartości liczbowe występujące w normie oraz wyniki obliczeń należy interpretować zgodnie z PN-70/N-02120 p. 3. 3. 2 (metoda Z).

5.6. Ocena wyników badań. Partię cykloheksanonu 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 ujemny, należy powtórzyć na ponownie pobranej próbce. Jeżeli w powtórnym badaniu uzyska się wynik ujemny, partię należy odrzucić.

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii produktu wytwórcza obowiązany jest wystawić i przestać 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.

Regulamin międzynarodowy dla przewozu kolejną towarów niebezpiecznych (RID). Załącznik 1 do Konwencji CIM (Dz. U. PRL nr 21 poz. 137 z dnia 29 czerwca 1968 r.)

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-78/6026-27

a) w miejsce znakowania rodzajów jako S i I wprowadzono zgodnie z ST SEV 1681-79 znakowanie I i II,

b) w wymaganiach, w miejsce oddzielnego oznaczania cykloheksanolu i pozostałych zanieczyszczeń organicznych wprowadzono łączną zawartość zanieczyszczeń organicznych,

c) zaostrożono wymaganie dla zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń.

4. Normy zagraniczne

Anglia BS 2711-1967 Specification for Cyclohexanone
NRD TGL 6520-1960 Grundchemikalien, Cyclohexanone
RWPG CT СЭВ 1681-79. Циклогексанон технический - norma zgodna
Rumunia STAS 8522-79 Ciclohexanona

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-73/C-04333 Produkty węglowodorne. Pobieranie próbek i przygotowywanie średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/C-04959 Oznaczanie zawartości wody metodą Karola Fischera w produktach organicznych i nieorganicznych

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

BN-67/6020-01 Potencjometryczne oznaczanie zawartości wody w związkach organicznych odczynnikiem van der Meulena

Przepisy o przewozie kolejną materiałów i przedmiotów niebezpiecznych PMN (Dz. T i ZK nr 20 poz. 84 z 1968 r.)

Specjalne warunki przewozu towarów niebezpiecznych w międzynarodowej komunikacji kolejowej. Załącznik 1 do Umowy SMGS (Dz. T i ZK nr 7 poz. 35 z 1966 r.)

5. Symbol wg SWW - 1244-122.

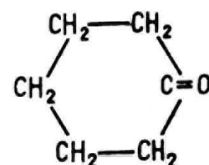
6. Autor projektu normy - mgr inż. Krystyna Szymczak - Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie.

7. Cykloheksanon jest cieczą oleistą, trudno rozpuszczalną w wodzie. Jest łatwopalny i toksyczny, z wodą tworzy mieszaninę azeotropową.

Cykloheksanon ma:

a) wzór sumaryczny - $C_6H_{10}O$

b) wzór strukturalny



c) masę molową - 98, 14 (1971).