

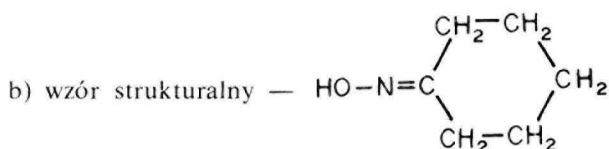
WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A   B R A N Ż O W A	<b>BN-86</b>
	<b>Tarnoks</b>	<b>6026-47</b>
		Zamiast BN-71/6026-47
		Grupa katalogowa 1021

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oksym cykloheksanonu o nazwie handlowej Tarnoks, otrzymywany syntetycznie z siarczanu hydroksyloaminy i cykloheksanonu w procesie oksymacji.

Oksym cykloheksanonu ma:

a) wzór sumaryczny —  $C_6H_{11}OH$



c) masę molową — 113,156 g/mol

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Tarnoks stosowany jest jako surowiec do produkcji laktamu kwasu E-aminokapronowego oraz jako środek przeciwkożuszeniu farb i lakierów.

## 2. OZNACZENIE

TARNOKS BN-86/6026-47

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Tarnoks powinien być ciałem stałym, krystalicznym, o barwie białej z odcieniem różowym, szarym lub żółtym i charakterystycznym zapachu, zbliżonym do zapachu mięty i kamfory. Nie powinien zawierać zanieczyszczeń mechanicznych dostrzegalnych nie uzbrojonym okiem.

## 3.2. Wymagania fizykochemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	
a) Temperatura krystalizacji, °C, nie mniej niż	72
b) Wody, % (m/m), nie więcej niż	3,5
c) Cykloheksanonu, % (m/m), nie więcej niż <sup>1)</sup>	0,2
d) Rozpuszczalność w ksylenie	całkowita

<sup>1)</sup> W przypadku braku chromatografu, dopuszcza się stosowanie metody miareczkowej oznaczania cykloheksanonu wg 5.3.5. Przy stosowaniu tej metody zawartość cykloheksanonu nie może przekroczyć 0,5% (m/m).

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Tarnoks należy pakować po 40 kg do worków polietylenowych umieszczonych w czterowarstwowych workach papierowych zgodnych z PN-67/P-79005 i o wymiarach wg PN-82/O-79027. Znakowanie opakowań powinno być zgodne z PN-85/O-79252.

Na każdym opakowaniu należy umieścić w sposób trwały napis zawierający co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii,
- masę brutto i netto,
- datę produkcji,
- liczba warstw składowania i ładowania — najwyżej 8.

**4.2. Przechowywanie.** Tarnoks opakowany wg 4.1 należy przechowywać w suchych i zadaszonych pomieszczeniach. Liczba warstw składowania — 8.

Zgłoszona przez Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego w Tarnowie  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 30 kwietnia 1986 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1986 poz. 23)

**4.3. Transport.** Tarnoks należy przewozić w wagonach i samochodach krytych, zabezpieczających produkt przed zawilgoceniem. Opakowania w środku transportowym należy układać w pozycji poziomej ściśle obok siebie na wysokość najwyżej 8 warstw. Ładunek powinien tworzyć zwartą całość i powinien być zabezpieczony przed przesuwaniami i uszkodzeniem w czasie transportu. Transport powinien odbywać się zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi<sup>1)</sup>.

Okres gwarantowanej użyteczności, zgodnej z wymaganiami niniejszej normy wynosi 6 miesięcy od daty wysyłki, przy zachowaniu warunków przechowywania i transportu.

## 5. BADANIA

**5.1. Wielkość partii.** Partię produktu stanowi nie więcej niż 5000 kg.

**5.2. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować ogólne wytyczne wg PN-67/C-04500. Z każdej partii produktu podlegającej odbiorowi należy wybrać w sposób losowy na ślepo w zależności od liczby opakowań w partii liczbę opakowań jednostkowych wg tablicy.

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, którą należy wybrać do pobierania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
powyżej 64	9

Z każdego wylosowanego opakowania jednostkowego należy pobierać po 2 próbki pierwotne o masie około 200 g. Próbkę należy pobrać próbnikiem 14 wg PN-74/C-60008 z całej grubości warstwy. Próbkę pierwotną należy połączyć razem i dokładnie wymieszać. Z tak przygotowanej próbki ogólnej przygotować próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 600 g. Próbkę laboratoryjną podzielić na dwie części, z których jedną należy przeznaczyć do badań, a drugą przechowywać do analizy rozjemczej przez 1 miesiąc, licząc od daty wysyłki.

### 5.3. Opis badań

**5.3.1. Sprawdzenie wyglądu** należy wykonać organoleptycznie.

**5.3.2. Oznaczanie temperatury krystalizacji** należy wykonać wg PN-81/C-04514 p. 2.4.1 w próbce niesuszonej.

**5.3.3. Oznaczanie zawartości wody** należy wykonać metodą destylacyjną wg PN-66/C-04523.

**5.3.4. Oznaczanie zawartości cykloheksanonu metodą chromatografii gazowej**

**5.3.4.1. Zasada oznaczania.** Oznaczanie polega na chromatograficznym rozdzieleniu cykloheksanonu od tarnoksu i innych zanieczyszczeń oraz porównaniu po-

wierzchni pików oznaczanego składnika z powierzchnią pików znanej ilości wzorca wewnętrznego.

#### 5.3.4.2. Aparatura

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

b) Kolumna chromatograficzna szklana lub ze stali nierdzewnej o długości 2 m i średnicy wewnętrznej 4 mm.

Jako wypełnienie kolumny chromatograficznej należy stosować Cellit 545 o uziarnieniu  $0,15 \div 0,25$  mm ( $60 \div 100$  mesh) z naniesionym olejem silikonowym DC 200 w ilości 15% (m/m).

Dopuszcza się stosowanie innego wypełnienia kolumny chromatograficznej i innych parametrów analizy pod warunkiem otrzymania równorzędnego rozdziału oznaczanego składnika.

#### 5.3.4.2. Odczynniki i materiały

- Aceton cz.d.a.,
- Cykloheptanon cz.d.a. — wzorec wewnętrzny,
- Argon gazowy cz. 45 wg BN-80/6017-16 lub azot techniczny sprężony wg PN-71/C-84912,
- Powietrze techniczne sprężone wg PN-74/C-84913,
- Wodór elektrolityczny sprężony wg PN-61/C-84908.

**5.3.4.4. Warunki pracy chromatografu.** Zaleca się stosowanie następujących warunków pracy chromatografu:

- temperatura termostatu kolumny 130°C
- temperatura dozownika 170°C
- temperatura detektora 170°C
- szybkość przepływu gazu nośnego (argonu lub azotu) 30 ml/min
- wielkość wprowadzonej próbki 2  $\mu$ l

W podanych warunkach analizy czasy retencji poszczególnych składników chromatografowanej mieszaniny są następujące:

aceton	1 min,
cykloheksanon	6 min,
cykloheptanon	9 min,
oksym cykloheksanonu	12 min.

**5.3.4.5. Wykonanie oznaczania.** Przygotowanie aparatu do pracy i obsługa w czasie wykonania analizy powinny być zgodne z instrukcją dołączoną do aparatu.

W kolbie pojemności 50 ml z doszlifowanym korkiem odważyć około 5 g badanej próbki tarnoksu z dokładnością do 0,0002 g i odważyć z tą samą dokładnością wzorec wewnętrzny — 0,02 g cykloheptanonu. Następnie wlać około 25 ml acetonu, dokładnie wymieszać i po rozpuszczeniu próbki wprowadzić mieszaninę do kolumny chromatografu.

Na otrzymanym chromatogramie (przykład chromatogramu podano w Informacjach dodatkowych) zmierzyć pola powierzchni pików cykloheksanonu i cykloheptanonu jednym ze sposobów stosowanych w technice chromatografii gazowej.

Współczynnik korekcyjny dla cykloheksanonu względem cykloheptanonu należy wyznaczyć wg zasad stosowanych w chromatografii gazowej.

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

Zawartość cykloheksanonu ( $X$ ) obliczyć wg wzoru, % (m/m),

$$X = \frac{S_c \cdot m_w \cdot K}{S_w \cdot m} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

$S_c$  — pole powierzchni piklu cykloheksanonu, mm<sup>2</sup>,

$m_w$  — odważka cykloheptanonu, g,

$K$  — współczynnik korekcyjny dla cykloheksanonu względem cykloheptanonu,

$S_w$  — pole powierzchni piklu cykloheptanonu, mm<sup>2</sup>,

$m$  — odważka badanego tarnoksu, g.

**5.3.4.6. Wynik oznaczania.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku średniego.

**5.3.5. Oznaczanie zawartości cykloheksanonu metodą miareczkową**

**5.3.5.1. Zasada oznaczania.** Oznaczanie polega na reakcji cykloheksanonu z chlorowodorkiem hydroksyloaminy. Wydzielony w wyniku reakcji kwas solny miareczkuje się wodorotlenkiem sodowym.

**5.3.5.2. Odczynniki i roztwory**

a) Czerochlorek węgla cz.

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a, roztwór o  $c(\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

c) Kwas solny cz.d.a., roztwór o  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

d) Wodorotlenek sodowy cz.d.a, roztwór mianowany o  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

e) Oranż metylowy, roztwór przygotowany wg PN-81/C-06501 p. 2.2.

**5.3.5.3. Wykonanie oznaczania.** Do kolby stożkowej pojemności 300 ml odważyć 10 g próbki badanego tarnoksu z dokładnością do 0,01 g, dodać 50 ml czterochloru węgla i mieszać aż do rozpuszczenia próbki.

Otrzymany roztwór rozcieńczyć 50 ml wody i siłnie mieszając zobojętnić roztworem kwasu solnego wobec oranżu metylowego do zabarwienia oranżowego zgodnego z barwą roztworu wzorcowego.

Roztwór wzorcowy stanowi 50 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy zobojętniony wobec oranżu metylowego do barwy oranżowej. Do roztworu z badaną próbką dodać 10 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, również uprzednio zobojętnionego, dobrze wymieszać i miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego przy ciągłym energicznym mieszaniu do uzyskania zabarwienia roztworu wzorcowego.

Zawartość cykloheksanonu ( $X$ ) obliczyć wg wzoru, % (m/m),

$$X = \frac{V \cdot 0,049 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

$V$  — objętość roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 0,5000 \text{ mol/l}$  zużyta do miareczkowania, ml,

$m$  — odważka badanej próbki, g,

0,049 — ilość cykloheksanonu odpowiadająca 1 ml roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 0,5000 \text{ mol/l}$ , g/ml.

**5.3.5.4. Wynik oznaczania.** Za wynik końcowy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku średniego.

**5.3.6. Oznaczanie rozpuszczalności w ksylenie.** W kolbie stożkowej z szeroką szyjką, pojemności 250 ml odważyć 20 g próbki badanego tarnoksu z dokładnością do 1 g i zalać 100 ml  $m$ -ksyleno o temperaturze  $20 \pm 23^\circ\text{C}$ .

Próbkę należy mieszać pręcikiem aż do rozpuszczenia, a następnie odczekać 15 min, aby rozpuszczalne krople wody opadły na dno kolby. Badana próbka powinna rozpuścić się całkowicie z wyjątkiem wody, która osadza się na dnie kolby. Roztwór tarnoksu w ksylenie ponad dolną warstwą nierozpuszczonej wody nie powinien wykazywać zmętnienia.

**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).

## 6. OCENA PARTII

Partię tarnoksu należy uznać za zgodną z normą, jeżeli wyniki wszystkich badań odpowiadają badaniom wg rozdz. 3.

W przypadku uzyskania wyników niezgodnych z wymaganiami normy, badanie, które dało wynik ujemny, należy powtórzyć na dwu pobranych z tej samej partii próbkach. Jeżeli w powtórny badaniu uzyska się choć raz wynik ujemny, partię należy odrzucić.

Do każdej partii produktu wytwórca obowiązany jest 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-71/6026-47**

a) zmniejszono zawartość cykloheksanonu do 0,2% zamiast 0,7%,  
b) wprowadzono chromatograficzną metodę oznaczania cykloheksanonu, dopuszczając w przypadkach szczególnych metodę miareczkową,

c) zamiast oznaczania rozpuszczalności w benzenie wprowadzono oznaczanie rozpuszczalności w ksylenie (20 g/100 ml).

**3. Normy i dokumenty związane**

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

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

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

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

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-82/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Główne wymiary

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

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

BN-80/6017-16 Argon gazowy czysty 45

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53 poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa PKP o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. T. i Z.K. nr 9 poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych. Załącznik II do Umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. T. i Z.K. nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 53, poz. 250 z 1968 r.)

**4. Symbol wg SWW** — 1244-122.

**5. Przykład chromatogramu tarnoksu** — wg rysunku.

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

