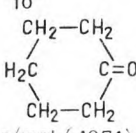


WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-82
	Odczynniki Cykloheksanon	6193-05
		Zamiast BN-69/6193-05
		Grupa katalogowa 1052

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest cykloheksanon odczynnikowy, otrzymany syntetycznie z benzenu lub fenolu.

Cykloheksanon ma:

- a) wzór sumaryczny - $C_6H_{10}O$
- b) wzór strukturalny - 
- c) masę molową - 98,14, g/mol (1971)

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

- cz, d, a, - czysty do analizy,
cz, - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia cykloheksanonu czystego do analizy:

CYKLOHEKSANON cz, d, a, BN-82/6193-05

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Cykloheksanon powinien być klarowną cieczą, o dopuszczalnym lekkożółtym zabarwieniu i charakterystycznym zapachu mięty i acetonu. Powinien rozpuszczać się w alkoholu etylowym, eterze i benzynie. W wodzie rozpuszcza się trudno. Jest łatwa palny.

3.2. Wymagania szczegółowe - wg tablicy.

Wymagania	Gatunek	
	cz, d, a,	cz,
a) Gęstość w temperaturze 20 °C, g/cm ³	0,944 ± 0,948	
b) Cykloheksanonu, %, nie mniej niż	99,80	99,75
c) Cykloheksanolu, %, nie więcej niż	0,03	0,05
d) Suma pozostałych zanieczyszczeń organicznych, %, nie więcej niż	0,07	0,10
e) Wody, %, nie więcej niż	0,10	
f) Substancji nielotnych, %, nie więcej niż	0,02	0,03

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. Cykloheksanon należy dostarczać w bębnach stalowych pojemności 200 dm³ wg BN-76/5046-01, BN-76/5046-02 i BN-76/5046-03, zamykanych nakrętką metalową, zaopatrzoną w uszczelkę, odporną chemicznie.

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

- nazwę lub znak wytwórni,
- oznaczenie wg 2.2,
- masę brutto i netto,
- numer partii,
- znak niebezpieczeństwa dla produktów łatwo palnych wg PN-76/O-79252 p. 2.3.4.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Rafineryjnego i Petrochemicznego PETROCHEMIA
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu Chemicznego i Lekkiego dnia 10 września 1982 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1983 poz. 6)

Konfekcjonowanie produktu w mniejsze opakowania prze-
prowadza dystrybutor cykloheksanonu odczynnikowego.

Cykloheksanon 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 cm³. Butelki należy
znakować wg PN-70/C-80001 p. 4.

Cykloheksanon zalicza się do II klasy niebezpieczeństwa
pożarowego.

4.2. Przechowywanie. Cykloheksanon należy przechowy-
wać w opakowaniach wg 4.1, w pomieszczeniach suchych
i zadaszonych, w temperaturze nie wyższej niż 30 °C.

4.3. Transport. Cykloheksanon należy przewozić dowol-
nymi środkami transportu wg PN-70/C-80001 p. 6, zgodnie
z przepisami transportowymi obowiązującymi dla przewozu
materiałów niebezpiecznych ¹⁾.

5. BADANIA

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

Wielkość partii u producenta stanowi nie więcej niż 20
bębnów.

Do przygotowania średniej próbki laboratoryjnej wybrać
losowo co najmniej 5 bębnow, pobierając z każdego bębna
próbkę jednostkową w ilości około 200 cm³. Średnia prób-
ka laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 500 cm³.

5.2. Opis badań

5.2.1. Sprawdzenie wyglądu. Do cylindra z bezbarwne-
go szkła o średnicy wewnętrznej około 25 mm wlać tyle cy-
kloheksanonu, aby wysokość stupa cieczy wynosiła 100 mm.
Sprawdzenie wyglądu przeprowadzić w sposób wizualny w
światle rozproszonym.

5.2.2. Oznaczanie gęstości należy wykonać wg PN-66/
C-04004 p. 2, 1, w temperaturze 20 °C, stosując areometr
z działką elementarną 0,001 g/cm³.

**5.2.3. Wykonanie oznaczania zawartości cykloheksano-
nu, cykloheksanolu i pozostałych zanieczyszczeń organicz-
nych metodą chromatografii gazowej**

5.2.3.1. Aparatura

a) Laboratoryjny chromatograf gazowy wyposażony w de-
tektor płomieniowo-jonizacyjny i termostat kolumny, o za-
kresie temperatur do 200 °C.

Parametry pracy detektora powinny zapewniać oznaczanie
zanieczyszczeń w cykloheksanonie, z wykrywalnością
1 · 10⁻³ % i powtarzalnością ±10 % względnych.

b) Kolumna chromatograficzna wykonana ze stali nie-
rdzewnej lub szkła o dowolnej długości i średnicy.

Jako wypełnienie kolumny chromatograficznej należy sto-
sować chromosorb WAW o granulacji 0,18 ± 0,25 mm, z na-
niesionym glikolem polietylenowym 20 M (Carbowax 20 M) w
ilości wagowo 10 %.

Można zastosować inne wypełnienie, z tym że zapewni
ono pełny rozdział pików cykloheksanonu i cykloheksanolu
oraz pozostałych zanieczyszczeń, a także umożliwi uzyska-
nie porównywalnych wyników z wynikami jak przy wypełnie-
niu podanym w normie.

5.2.3.2. Warunki pracy chromatografu. Zaleca się sto-
sować następujące warunki pracy:

- długość kolumny - 2,5 m,
- średnica kolumny - 4 mm,
- temperatura kolumny - 100 °C,
- temperatura dozownika - 160 °C,
- temperatura detektora - 160 °C,
- szybkość przepływu argonu - 30 cm³/min,
- przesuw taśmy rejestracyjnej - 10 mm/min,
- wielkość wprowadzonej próbki - 0,5 mm³.

Chromatogram rejestrować do upływu podwójnej wartości
czasu między pikem cykloheksanonu i pikem cykloheksano-
lu, licząc od szczytu piku tego ostatniego.

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

Przygotowanie aparatu do pracy i wykonanie analizy na-
leży przeprowadzić wg instrukcji dołączonej do aparatu.

5.2.3.3. Obliczanie wyników. Zawartość poszczególnych
składników obliczyć na podstawie powierzchni pików meto-
dą normalizacji wewnętrznej. Powierzchnię pików obliczać
jednym z przyjętych sposobów.

Zawartość cykloheksanolu (X₁), w procentach, obliczyć
wg wzoru

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

w którym:

- S₁ - powierzchnia pików cykloheksanolu,
- S - suma powierzchni pików wszystkich składników.

Zawartość sumaryczną pozostałych zanieczyszczeń orga-
nicznych (X₂), w procentach, obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{S_2 \cdot 100}{S} \quad (2)$$

w którym:

- S₂ - suma powierzchni pików wszystkich składników or-
ganicznych, z wyjątkiem pików cykloheksanolu i cy-
kloheksanonu,
- S - suma powierzchni pików wszystkich składników.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Zawartość cykloheksanonu (X), w procentach, wagowo, obliczyć wg wzoru

$$X = 100 - X_1 - X_2 - X_3 \quad (3)$$

w którym:

X_1 - zawartość cykloheksanolu, %,

X_2 - zawartość pozostałych zanieczyszczeń organicznych, %,

X_3 - zawartość wody oznaczona wg 5. 2. 4, %.

5. 2. 3. 4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń zawartości cykloheksanonu, różniących się między sobą nie więcej niż 0,05 %.

5. 2. 4. Oznaczanie zawartości wody należy wykonać metodą Karola Fischera wg PN-81/C-04959 p. 2, 6, 2b) lub wg BN-67/6020-01.

Wielkość odważki do oznaczania - około 5 g. Zaleca się stosowanie samej pirydyny jako rozpuszczalnika. Miareczkowanie należy prowadzić szybko, przy czym dopuszcza się wizualny sposób przeprowadzania miareczkowania.

5. 2. 5. Oznaczanie substancji nielotnych. W szklanej pa-
rownicy wysuszonej w temperaturze 120 °C do stałej masy

i zważonej z dokładnością do 0,0002 g, umieścić 50 g (55 cm³) badanego cykloheksanonu 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 cykloheksanon odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz. d. a. - 10 mg,

dla odczynnika cz. - 15 mg.

5. 3. 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. 4. Ocena wyników badań. Partię cykloheksanonu 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. 5. Zaświadczenie o wynikach badań. Do każdej partii produktu wytwórcą jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-69/6193-05

a) wprowadzono oznaczanie zawartości głównego składnika cykloheksanonu oraz cykloheksanolu i pozostałych zanieczyszczeń organicznych metodą chromatograficzną zamiast miareczkowej metody oznaczania cykloheksanonu,

b) wprowadzono oznaczanie wody i gęstości w 20 °C,

c) wyeliminowano wymagania: temperatura wrzenia i współczynnik załamania światła oraz opis ich oznaczania.

3. Normy i dokumenty związane

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

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

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

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

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.)

4. Symbol wg SWW - 1331-11.

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