МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

661.7 : 547.594.3

КОД ОКП 24 2353

УДК ~~547.594.211(083.74)~~

Группа Л 27

Зарегистрировано в ВИФС

за № _____

от "____" _____ 1983г

[illegible] ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ (Госстандарт)

[illegible] в реестр государственной регистрации

83.10.24 за № 2406677

СОГЛАСОВАНО

ГИНЦВЕТМЕТ

Заместитель директора по НИР

письмо N С-13-1308 О.К.Соколов

"22" 04 1983г

УТВЕРЖДЕНО

В/О "СОЮЗАЗОТ"

Заместитель начальника

_____ А.А.Орлов

"3" X 1983г

ЦИКЛОГЕКСАНОЛ-РЕКТИФИКАТ

Технические условия

ТУ 113-03-358-83

(Взамен ТУ 6-03-358-74)

Срок введения с 01.01.1984г

Срок действия до 01.01.1989г

СОГЛАСОВАНО

Ивановское п.о."Химпром"

Главный инженер

письмо N 4-17/307 Г.М.Подерягин

"5" 04 1983г

Зыряновский свинцовый комбинат

Заместитель начальника ТО

письмо N 17-17/257 А.И.Табаков

"28" 04 1983г

Щекинское п.о."Азот"

Главный инженер

письмо N 10-93-7018 Б.И.Лурье

"26" 05 1983г

РАЗРАБОТАНО

ГИАП

Заместитель директора по НИР

_____ Н.М.Чечулин

"[illegible]" 15 1983г

Зав.сектором НИО-5

_____ В.Р.Ручинский

"14" 17 1983г

Зав.отделом стандартизации

_____ О.А.Добровольский

"19" 17 1983г

Продолжение на следующем листе.

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взамен инв. №

gost.e-ecolog.ru

СОГЛАСОВАНО

Северодонецкое п.о."Азот"
Главный инженер
письмо №26-04-335 В.И.Вячеславов
"16" 05 1983г

Дзержинское п.о."Капролактам"
Зам.главного инженера
письмо №04К-163 В.Я.Колесников
"27" 06 1983г

МПС
Бюро экспертизы стандартов
Главного грузового управления
Начальник
письмо №2833-04/2257 Д.И.Шафиркин
"21" 04 1983г

ЦК профсоюза рабочих химической
и нефтехимической промышленности
Зав.отделом охраны труда
письмо №068-539 Ю.М.Семин
"25" 05 1983г

1983г

Инв.№ подл. | Подпись и дата | Взам.инв.№

Настоящие технические условия распространяются на циклогексанол-ректификат, получаемый синтетическим путем из различного вида сырья (бензола, анилина, фенола).

Формула циклогексанола: $C_6H_{11}OH$.

Молекулярная масса (по международным массам 1971г) - 100,16.

Циклогексанол - прозрачная жидкость или бесцветные гигроскопические кристаллы. Применяется для органического синтеза и в качестве флотоагента.

Циклогексанол примесей бензола не содержит.

Циклогексанол аттестации не подлежит (не оценивается по категориям качества).

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Циклогексанол-ректификат должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящих ТУ по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

I.2. По физико-химическим показателям циклогексанол-ректификат должен соответствовать нормам, указанным в табл.I.

Таблица I.

№ п/п	Наименование показателей	Норма
		аттестации не подлежит (не оценивается по категориям качества)
	КОД ОКП	24 2353 0100
I.	Плотность при 25 °С, г/см³	0,945 ± 0,002
2.	Массовая доля циклогексанола, %, не менее	97,0
3.	Массовая доля примесей, %, не более	3,0
	в том числе:	
	циклогексанона, %, не более	I,0
4.	Массовая доля воды, %, не более	0,I

Инв.№ подл. | Подпись и дата | Взам.инв.№ | Инв.№ дубл. | Подпись и дата

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	ТУ 113-03-358-83			
Разраб.					Циклогексанол-ректификат. Технические условия.	Лит.	Лист	Листов
Пров.						А	3	16
Н.контр.						ГИАП		
Утв.								

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Циклогексанол - горючая жидкость с эфирно-камфорным запахом.

Температура плавления - 25,15 °С; температура кипения - 161,1 °С; температура вспышки - 67 °С.

Пары циклогексанола с воздухом образует взрывоопасные смеси: нижний - 1,52%, верхний - 11,1% объемных.

Циклогексанол образует азеотропную смесь.

Средствами пожаротушения при загорании являются тонко распыленная вода и химическая пена.

2.2. Циклогексанол относится к умеренно токсическим соединениям.

Предельно допустимая концентрация циклогексанола в воздухе рабочей зоны производственных помещений - 10 мг/м^3, относится к 3-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007-76.

При концентрациях, превышающих предельно допустимую концентрацию, циклогексанол оказывает вредное действие на нервную систему. Вызывает головную боль, раздражение глаз, носа и горла.

2.3. При работе с циклогексанолом применяют индивидуальные средства защиты от попадания паров в организм и жидкого продукта на кожу: используют фильтрующий противогаз марки А или БКФ, резиновые перчатки и защитные очки.

2.4. Определение циклогексанола в воздухе основано на образовании окрашенного соединения при реакции с п-диметиламинобензальдегидом.

2.5. При применении циклогексанола как флотоагента необходимо применять меры, предотвращающие возможность попадания его в атмосферу, сточные воды и на кожные покровы работающих.

2.6. Все помещения, в которых проводятся работы с циклогексанолом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей содержание вредных веществ в концентрации не выше предельно допустимой.

В помещениях должны быть аптечка с медикаментами для оказания первой помощи пострадавшим и необходимое противопожарное оборудование и инвентарь.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ.

3.1. Циклогексанол-ректификат принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, но наболее 70 т, однородного по показателям качества, оформленного одним документом о качестве.

Документ должен содержать:

а) условное наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;

б) наименование продукта (с указанием сырья, из которого получен продукт);

в) номер партии;

г) дату изготовления;

д) результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящих технических условий;

е) подтверждение о нанесении на упаковку знаков опасности по ГОСТ 19433-81, класс 9, подкласс 9.2;

ж) обозначение настоящих ТУ.

При поставке циклогексанола в цистернах каждую цистерну принимают за партию.

3.2. Объем выборки по ГОСТ 5445-79.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей анализ повторяют на удвоенной выборке той же партии продукции. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ.

4.1. Пробы циклогексанола отбирают по ГОСТ 5445-79.

Среднюю пробу циклогексанола объемом не менее 200 $см^3$ помещают в чистую сухую склянку с притертой пробкой.

На склянку наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, номера партии, даты отбора пробы, обозначения настоящих ТУ, надписи "ОГНЕОПАСНО !".

4.2. Определение плотности циклогексанола-ректификата проводят по ГОСТ 3900-47 (п.1).

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подпись и дата

4.3. Хроматографическое определение массовой доли циклогексанола и примесей.

4.3.I. Аппаратура и реактивы.

Хроматограф с детектором ионизации в пламени.

Колонки хроматографические длиной 4 м, диаметром 3 мм и длиной 2 м, диаметром 4 мм.

Микрошприц типа МШ-IO.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24I04-80, класс точности 2, с пределом взвешивания до 200 г, и класс точности 4, с пределом взвешивания до 500 г.

Азот технический по ГОСТ 9293-74.

Водород технический по ГОСТ 3022-80.

Воздух технический по ГОСТ II882-73.

Фаза жидкая - жидкость кремнийорганическая (ПФМС-4) по ГОСТ I5866-70.

Фаза твердая:

хромосорб W, марки AW-ДМСS, зернами размером 0,I6 - - 0,20;

хроматон N, марки AW - НМДS, зернами размером 0,I6 - 0,20;

хроматон N, марки AW или AW - ДМСS, зернами размером 0,25-0,32, пропитанный I5% карбовакса I500.

Изопропилциклогексан, чистота, не менее 95%.

Метилизобутилкарбинол, чистота, не менее 95%.

Фенол по ГОСТ 64I7-72.

Циклогексан.

Ацетон по ГОСТ 2603-79.

Циклогексанон по ГОСТ 24615-81.

Этилцеллозольв по ГОСТ 8313-76.

Эфир этиловый, хч.

4.3.2. Определение циклогексанола, получаемого из циклогексана и анилина.

I5,0 г кремнийорганической жидкости растворяют в 50-70 $см^3$ этилового эфира.

Полученным раствором пропитывают 35 г хроматона или хромосорба.

Эфир испаряют на водяной бане при 60-80 °С непрерывно

перемешивая наполнитель, пока он не станет сыпучим.

Полученную набивку засыпают в колонку через воронку, уплотняя ее с помощью вибратора или равномерным постукиванием по стенке колонки. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, продувают азотом, пропуская его с объемным расходом 4-6 $дм^3$/ч при 180°С. Затем охлаждают термостат до комнатной температуры и соединяют выход колонки с детектором.

4.3.2.2. Проведение анализа.

Режим работы хроматографа.

Длина колонки, м	4
Внутренний диаметр колонки, мм	3
Температура колонки, °С	180
Температура испарителя, °С	230
Объемный расход азота, $дм^3$/ч	3
Объемный расход водорода, $дм^3$/ч	2
Объемный расход воздуха, $дм^3$/ч	18-20
Объем вводимой пробы, $см^3$	0,001

Включение прибора, вывод его на рабочий режим и выполнение анализа проводят по инструкции, прилагаемой к прибору.

Идентификацию компонентов проводят по относительному времени удерживания, измеренному по отношению к времени удерживания циклогексанона. Порядок выхода компонентов показан на черт.1, а относительное время удерживания каждого приведены в табл.2.

Таблица 2

№ п/п	Наименование компонета	Относительное время удерживания
1	2	3
1.	Циклогексан	0,16
2.	Н-амиловый спирт	0,31
3.	Циклогексанол	0,42
4.	Неидентифицированный пик	0,46
5.	Циклопентанон	0,55
6.	Гептанон-2	0,68
7.	Циклогексанол	0,78
8.	Циклогексанон	1,0
9.	Циклогексенон	1,37
10.	Циклогексилацетат	1,45

1	2	3
11.	Неидентифицированный пик	1,61
12.	Неидентифицированный пик	1,73
13.	Неидентифицированный пик	1,92
14.	Циклогексилпропионат	2,05
15.	Неидентифицированный пик	2,42
16.	Неидентифицированный пик	3,02
17.	Циклогексилбутират	3,16
18.	Неидентифицированный пик	3,48
19.	Неидентифицированный пик	3,70
20.	Неидентифицированный пик	4,13
21.	Циклогексилвалерат	4,68
22.	Е - капролактон	5,4
23.	Циклогексилкапроат	7,2
24.	Циклогексилиден-циклогексанон-2	15,2

Продолжительность анализа определяется временем удерживания циклогексилиден-циклогексанона-2 (дианона).

4.3.2.3. Обработка результатов.

Содержание компонентов определяют методом внутренней нормализации. Площади пиков вычисляют умножением высоты каждого пика на ширину его, измеренную на половине высоты пика.

Массовую долю определяемой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_i = \frac{S_i \cdot 100}{\Sigma S_к}$$

где

S_i - площадь пика определяемой примеси, мм^2;

$\Sigma S_к$ - сумма площадей всех пиков, мм^2.

Расчет циклогексанона производят с учетом поправочного коэффициента (К), который вычисляют по формуле:

$$К = \frac{C_I \cdot S_2}{C_2 \cdot S_I}$$

где

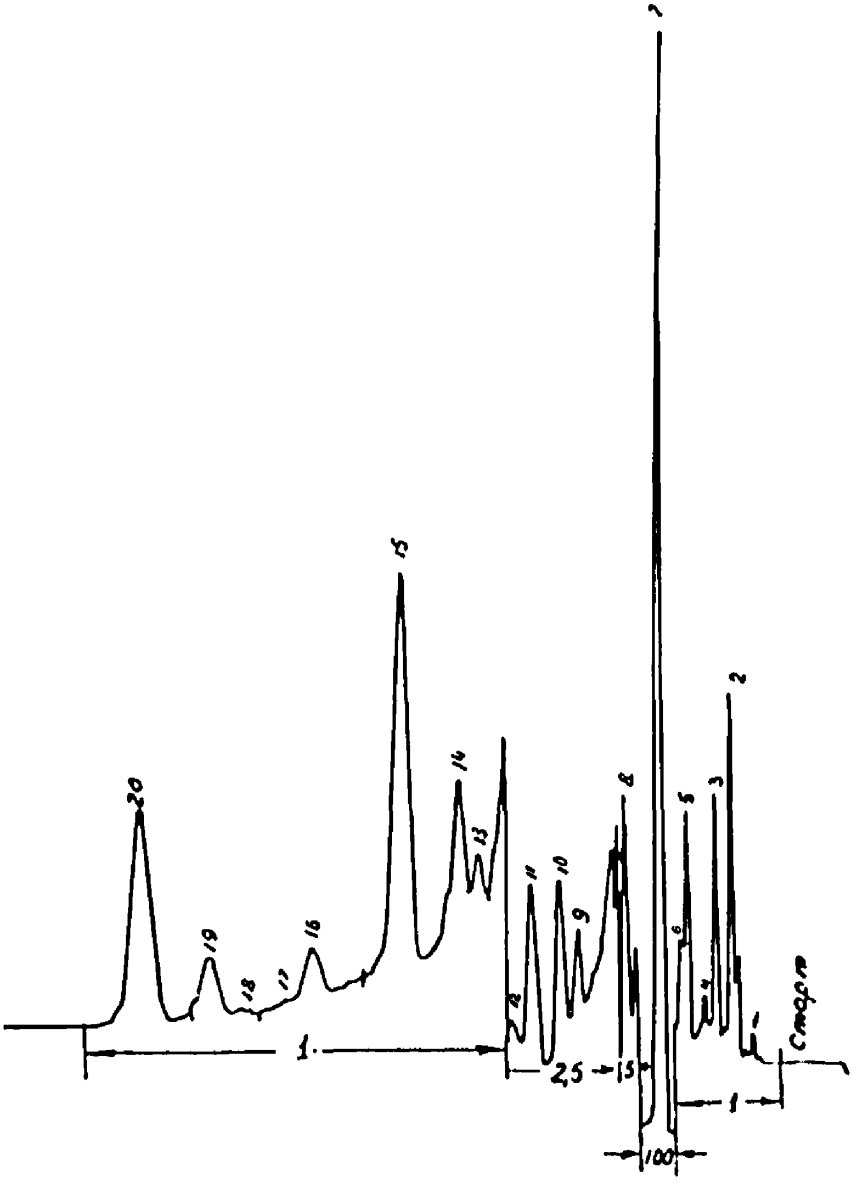
C_I - концентрация циклогексанона, %, вес;

S_I - площадь пика циклогексанона, мм^2;

C_2 - концентрация циклогексанола, %, вес;

S_2 - площадь пика циклогексанола, мм^2.

Массовую долю циклогексанола (X) в весовых процентах вычисляют по формуле:



Черт.I. Хроматограмма к п. 4.3.2.2.

$$X = 100 - \sum S_i - W$$

где.

$\sum S_i$ – сумма примесей в циклогексаноле-ректификате, определенная хроматографическим методом, %;

W – массовая доля воды, определенная по п.4.4., %.

За результат анализа каждой примеси принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать ± 5%.

Суммарная относительная погрешность результатов измерения составляет ± 10% при доверительной вероятности 0,95.

4.3.3. Определение циклогексанола, получаемого из фенола.

4.3.3.1. Подготовка к анализу.

Хроматографическую колонку заполняют готовым сорбентом – хроматоном N-AW или хроматоном N-AW -ДМСS , пропитанным 15% карбовакса 1500.

Заполненную колонку устанавливают в прибор и продувают газом-носителем, не подсоединяя ее к детектору, при 180 °С в течение 4–5 ч. Объемный расход газа-носителя при продувке колонки 4 $дм^3$/ч.

4.3.3.2. Проведение анализа.

Режим работы хроматографа.

Длина колонки, м	2
Диаметр колонки, мм	4

Температура колонки 104 °С, после выхода циклогексанола повышается до 180 °С.

Температура испарителя, °С	200
Объемный расход азота, $дм^3$/ч	4
Объемный расход водорода, $дм^3$/ч	2,5
Объемный расход воздуха, $дм^3$/ч	27
Объем вводимой пробы, $см^3$	0,001

Включение прибора, вывод его на рабочий режим проводят по инструкции, прилагаемой к прибору.

Около 2,0000 г циклогексанола-ректификата и 0,01 г этилцеллозольва (стандарта) тщательно перемешивают и пробу

в количестве 0,001 см^3 вводят в хроматограф.

Порядок выхода компонентов и относительное время удерживания каждого приведены в табл.3.

Таблица 3

№№	Наименование компонентов	Относительное время удерживания
I.	Циклогексан	0,086
2.	Изопропилциклогексан	0,18
3.	Неидентифицированный пик	0,28
4.	Метилизобутилкарбинол	0,35
5.	Неидентифицированный пик	0,41
6.	Этилцеллозольв	0,47
7.	Неидентифицированный пик	0,78
8.	Циклогексанон	I,00
9.	Циклогексанол	I,4
I0.	Неидентифицированный пик	2,I-2,2
II.	Фенол	3,2[x)]

x) Данные по удерживанию фенола определены при температуре I80 °С. Для этого после выхода пика циклогексанола включают нагрев термостата до I80 °С. После выхода фенола в термостате вновь устанавливается температура I04 °С.

4.3.3.3. Обработка результатов.

Содержание компонентов определяют методом внутреннего стандарта. Площади пиков вычисляют умножением высоты каждого пика на его ширину, измеренную на половине высоты пика.

Массовую долю определяемой примеси ($X_к$) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_к = \frac{S_к \cdot K_к \cdot A_{ст} \cdot 100}{S_{ст}}$$

где

$A_{ст}$ - навеска стандарта, г;

$S_к$ - площадь пика определяемой примеси, мм^2;

$S_{ст}$ - площадь пика стандарта, мм^2;

$K_к$ - калибровочный коэффициент определяемой примеси.

Величину калибровочного коэффициента определяют по искусственно составленным смесям по формуле:

$$K_к = \frac{a_к \cdot S_{ст}}{a_{ст} \cdot S_к}$$

где

$a_к$ - навеска компонента, г;

$a_{ст}$ - навеска стандарта, г.

При приготовлении искусственных смесей в качестве растворителя применяют ацетон.

При подсчете количества циклогексана и изопропилциклогексана вместо площади замеряют высоту пика. Расчет калибровочных коэффициентов для этих примесей производят также по высотам.

Калибровочные коэффициенты неидентифицированных пиков условно принимают равными калибровочным коэффициентам близлежащих идентифицированных пиков.

Массовую долю циклогексанола (X_I) в весовых процентах вычисляют по формуле:

$$X_I = 100 - \Sigma X_к - W$$

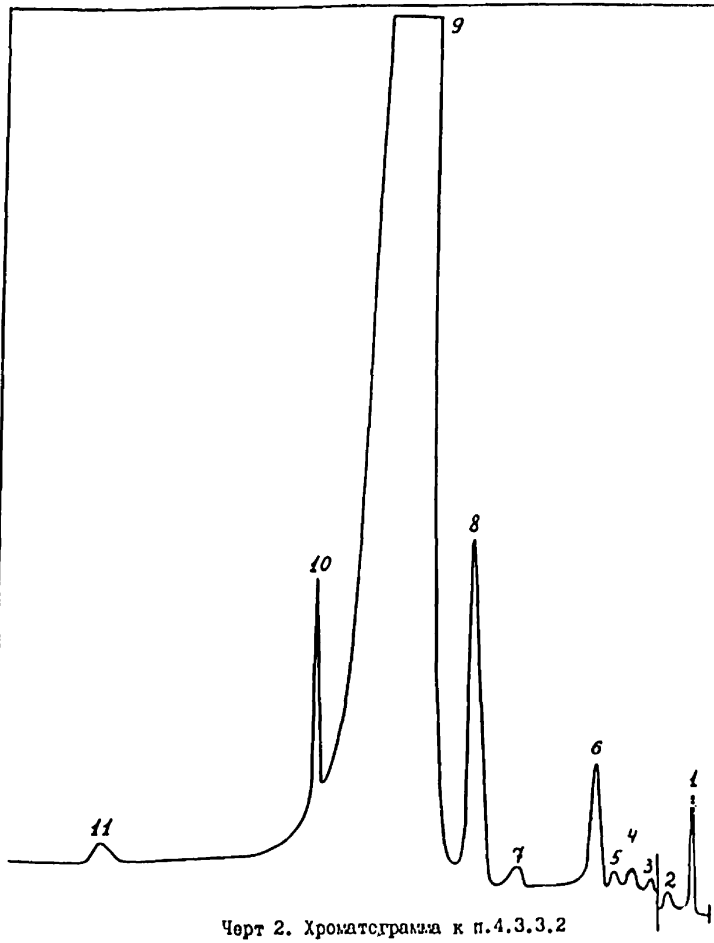
где

$\Sigma X_к$ - сумма примесей в циклогексаноле-ректификате, определенная хроматографическим методом, %;

W - массовая доля воды, определенная по п. 4.4., %.

За результат анализа каждой примеси принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5% относительно вычисляемой величины.

Суммарная относительная погрешность результатов измерения ± 10% при доверительной вероятности 0,95.



Черт 2. Хроматограмма к п.4.3.3.2

I.- циклогексан; 2- изопропилциклогексан; 3- неидентифицированный пик; 4-метилизобутилкарбанол; 5-неидентифицированный пик; 6-этилцеллозольв; 7-неидентифицированный пик; 8-циклогексанон; 9-циклогексанол; I0-неидентифицированный пик; II-фенол.

4.4. Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870-77 (методом Фишера)

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Циклогексанол-ректификат транспортируют в специально выделенных железнодорожных цистернах с верхним сливом или с универсальным сливным устройством или в автоцистернах.

Люк цистерны должен быть герметично закрыт и опломбирован.

5.2. Уровень заполнения цистерны с учетом полного использования вместимости цистерны и объемного расширения продукта при возможности перепада температуры в пути следования должен быть не более 95%.

5.3. На каждую цистерну несмываемой краской наносят надпись "ОГНЕОПАСНО !", а также трафарет приписки в соответствии с Правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.4. Циклогексанол-ректификат в автоцистернах транспортируют согласно Правил перевозки грузов автомобильным транспортом.

5.5. Циклогексанол-ректификат хранят на складах, предназначенных для хранения легковоспламеняющихся жидкостей.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие циклогексанола-ректификата требованиям настоящих ТУ при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных техническими условиями.

6.2. Гарантийный срок хранения циклогексанола I год со дня изготовления.

По истечении гарантийного срока хранения продукт перед использованием должен быть проверен на соответствие требованиям настоящих технических условий.

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подпись и дата

П Е Р Е Ч Е Н Ь

документов, на которые даны ссылки в данных ТУ

Обозначение	Наименование НТД	Страницы, на которой указана НТД
ГОСТ 12.1.007-76	Вредные вещества	4
ГОСТ 3900-47	Нефтепродукты. Методы определения плотности	5
ГОСТ 5445-79	Химические продукты коксования. Отбор проб	5
ГОСТ 24104-80	Весы лабораторные общего назначения	6
ГОСТ 9293-74	Азот технический	6
ГОСТ 3022-80	Водород технический	6
ГОСТ 15866-70	Жидкость кремнийорганическая ПКМС-4	6
ГОСТ 6417-72	Фенол	6
ГОСТ 2603-79	Ацетон	6
ГОСТ 24615-81	Циклогексанон технический	6
ГОСТ 8313-76	Этилцеллозольв	6
ГОСТ 14870-77	Методы определения содержания воды	12

Лист регистрации изменений

Изм.	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в документе	№ докум.	Входящий сопроводительного документа и дата	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	изъятых					

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

ОКП 24 2353 0100

УДК 661.7.547.594.3
Группа Л 21
Зарегистрировано в МЦ СМ
за № _____
от "__" _____ 1988 г.

1036/86

СОГЛАСОВАНО

ГИНЦВЕТМЕТ

Заместитель директора
по НИР
письмо
№ ОС-19-768 О.К. Соколов
"22" 03 1988 г.

УТВЕРЖДАЮ

Г И А П

Заместитель директора по НИР

_____ И.М. Кисиль
_____ 1988 г.

ИЗВЕЩЕНИЕ № 1

об изменении ТУ 113-03-358-83 "Циклогексанол-ректификат"

Срок введения с 01.01.1989 г.

СОГЛАСОВАНО

Химико-фармацевтический
комбинат "Акрихин"
Главный инженер
письмо
№ 89/33 В.А. Быков
"10" 03 1988 г.

Зиряновский свинцовый
комбинат
Начальник ТО
письмо
№ 17-17/88 Ю.И. Фильшин
"21" 03 1988 г.

Воронежский завод СК
Главный технолог
письмо
№ 15/1-1-543 Г.М. Грачев
"20" 07 1988 г.

Шекинское ПО "Азот"
Главный инженер
письмо
№ 01-7383 Б.И. Лурье
"02" 09 1988 г.

308-271
13.10.88

РАЗРАБОТАНО

Г И А П

Зам. директора ГИАП

_____ М.А. Кидков
_____ 1988 г.

Заведующий ГНИО-4

_____ Н.А. Луганов
"15" 09 1988 г.

Заведующий НИО-9

_____ О.А. Добровольский
"__" _____ 1988 г.

28.11.88

Зарегистрировано
МЦСМ Госстандарта
240667/01 от 22.09.88 19__ г.

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взам. инв. №

Продолжение титульного листа
Извещения № I об изменении
ТУ II3-02-358-83

СОГЛАСОВАНО

Северодонецкое ПО "Азот"
Главный инженер
телетайп № 10082 Б.М.Блох
"15" 09 1988г

Госприемка
на Северодонецком ПО "Азот"
Руководитель
письмо № 347 В.И.Шаповалов
"16" 08 1988г

Дзержинское ПО "Капролактам"
Главный инженер
телетайп № 11561 А.Д.Макаров
"31" 08 1988г

Инв. № подл. | Подпись и дата | Взамен инв. №

Титульный лист.

Продлить срок действия ТУ II3-03-358-83 до 01.01.94.

Вводная часть. Головка таблицы I. Исключить фразу "Циклогексанол аттестации не подлежит (не оценивается по категориям качества).

Пункт 4.2. Заменить ссылку ГОСТ 3900-47 на ГОСТ 3900-85.

Пункт 4.3. Изложить в новой редакции:

4.3.I. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

Хроматограф лабораторный, комплектуется:

- детектором ионизации в пламени, чувствительность детектора не ниже 4.10^{-6} Кл/мг;

- термостатом колонок, обеспечивающим температуру не ниже 240°С, погрешность поддержания заданной температуры не превышает ± 0,2°С; погрешность установки температуры не более ± 3°С;

- блоком программирования температуры, обеспечивающим скорость подъема температуры I0°С/мин; погрешность установки скорости нагрева не превышает ± 2 % от установленного значения;

- блоком питания ионизационных детекторов и контроля температуры: для питания ячеек дефференциального детектора ионизации в пламени, контроля температуры термостата колонок и испарителя в диапазоне до плюс 250°С; для установки и поддержания температуры хроматографа в диапазоне 230°С, погрешность установки температуры испарителя не более ± 5°С;

- блоком подготовки газов, для установки, стабилизации и очистки двух потоков газа-носителя водорода и воздуха; погрешность установки заданного значения расходов газов не более ± 0,5%

Инв.№ подл. | Подп. и дата | Взам.инв.№ | Инв.№ дубл. | Подп. и дата

					Извещение № I об изменении ТУ II3-03-358-83		
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата			
Разраб.		Гаголева			Циклогексанол-ректификат	Лит.	Лист 3 / Листов 16
Пров.						А	
Н.контр.						ГИАП	
Утв.							

от установленного значения; относительное изменение расхода газа-носителя, вызванное изменением выходного давления в 4 раза не более ± 0,5 %, от установленного значения, степень очистки газов (фоновый ток ионизационного детектора) не более $1{,}5.10^{-11}$ А;

– электронным автоматическим потенциометром со шкалой 1 мВ; погрешность показания прибора ± 0,5 %;

– колонками газохроматографическими по ГОСТ 16285–80, стальными, длиной 4 м, диаметром (внутренним) 3 мм и длиной 2 м, диаметром 4 мм;

Микрошприц по ГОСТ 22967–82 вместимостью 1.10^{-2} см^3, цена наименьшего деления не превышает 2.10^{-4} см^3 (типа МШ-10), допускаемое отклонение ± 1.10^{-4} см^3.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104–80, 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 4 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Меры массы общего назначения по ГОСТ 7328–82.

Линейка по ГОСТ 427–75 или ГОСТ 17435–72, цена наименьшего деления 1 мм.

Секундомер механический класса 1 по ГОСТ 5072–79.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706–83 с 10 кратным увеличением, цена наименьшего деления 0,1 мм.

Азот технический по ГОСТ 9293–74.

Водород технический по ГОСТ 3022–80.

Воздух сжатый по ГОСТ 17433–80, класс 1.

Жидкость кремнийорганическая ПМФС–4 по ГОСТ 15886–70.

Хромосорб W, марки AW – ДМСS, зернами размером 0,16 – – 0,20 мм.

Хроматон N, марки AW – НМДS, зернами размером 0,16 – 0,20 мм.

Эфир этиловый по ОСТ 84-2006–88.

4.3.2. Определение массовой доли циклогексанола.

4.3.2.I. Подготовка сорбента.

I5,0 г кремнийорганической жидкости (результат измерения массы записывают с точностью до первого десятичного знака) растворяют в 50–70 $см^3$ этилового эфира.

Полученным раствором заливают 35,0 г хроматона или хромосорба.

Эфир испаряют, осторожно перемешивая наполнитель, пока он не станет сухим и сыпучим.

Полученную набивку засыпают в колонку через воронку, уплотняя ее с помощью вибратора или равномерным постукиванием по стенке колонки. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя в детектору, продувают азотом, с объемным расходом 4–6 $дм^3/ч$ при I80°С. Затем охлаждают термостат до комнатной температуры и соединяют выход колонки с детектором.

4.3.2.2. Проведение анализа.

Включают прибор в соответствии с инструкцией, прилагаемой к хроматографу, и устанавливают рабочий режим.

Режим работы хроматографа.

Длина колонки, м	4
Внутренний диаметр колонки, мм	3
Температура термостата колонок, °С	I80
Температура испарителя, °С	230
Объемный расход азота, $дм^3/ч$	3
Объемный расход водорода, $дм^3/ч$	2
Объемный расход воздуха, $дм^3/ч$	20
Объем пробы при анализе, $см^3$	0,00I

В испаритель хроматографа, работающего в стабильном режиме вводят шприцом пробу анализируемого продукта. Для каждой пробы записывают две хроматограммы. Если нужно, на хроматограмме анали-

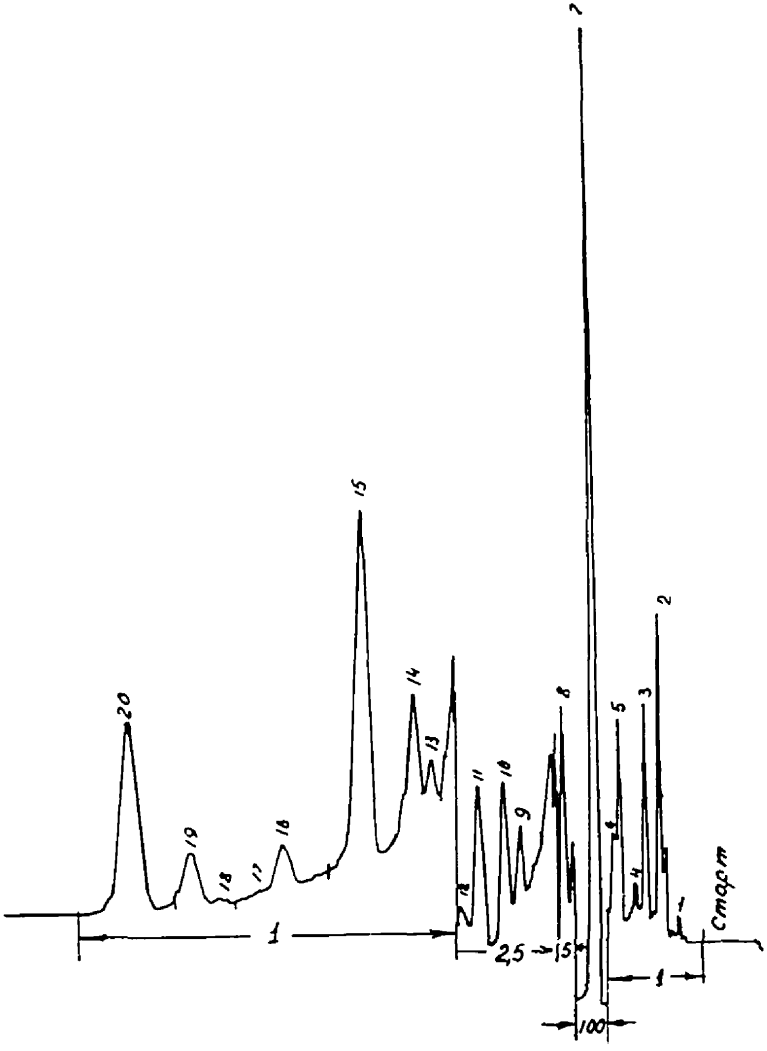
зируемого продукта идентифицируют примеси по их относительным временам удерживания (см. таблицу 2, черт I и таблицу 3, черт. 2).

Относительные времена удерживания примесей в циклогексаноле, получаемом из циклогексана

Таблица 2

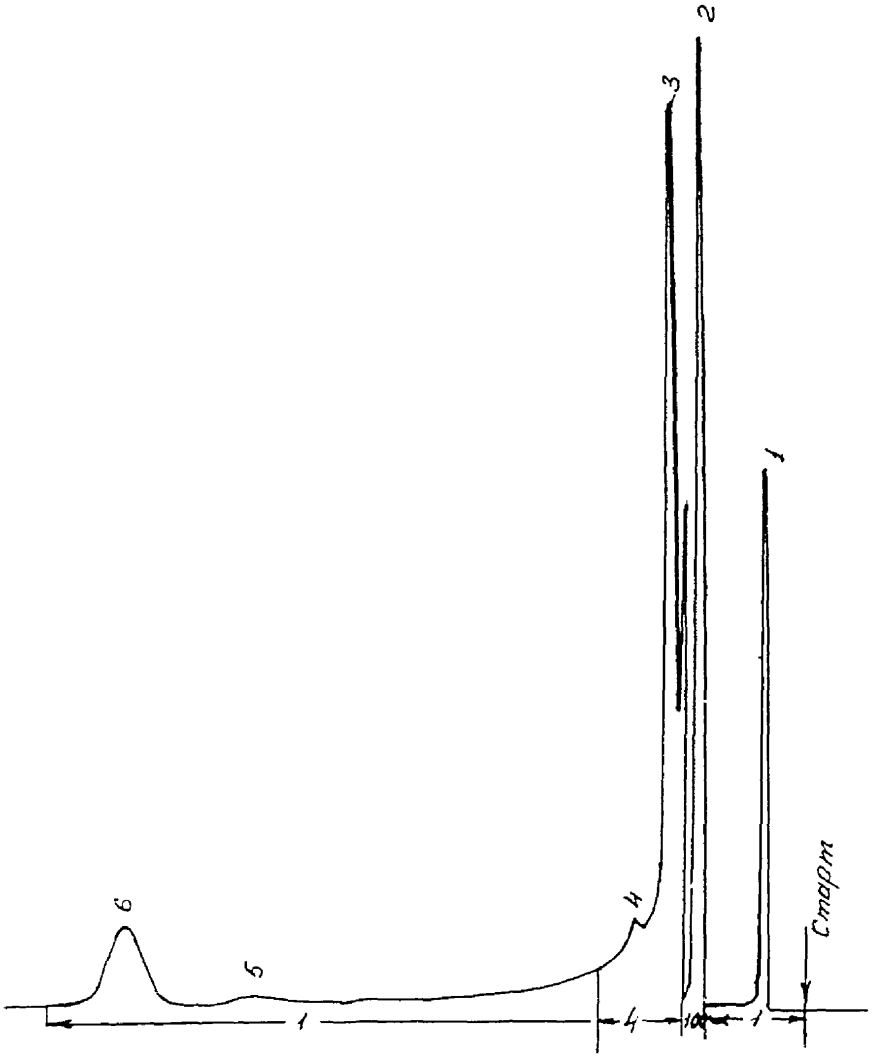
№ № п/п	Наименование компонента	Относительное время удерживания
I.	Циклогексан	0,I6
2.	Н-амиловый спирт	0,3I
3.	Циклопентанол	0,42
4.	Неидентифицированный пик	0,46
5.	Циклопентанон	0,55
6.	Гептанон-2	0,68
7.	Циклогексанол	0,78
8.	Циклогексанон	I,0
9.	Циклогексенон	I,37
I0.	Циклогексилацетат	I,45
II.	Неидентифицированный пик	I,6I
I2.	Неидентифицированный пик	I,73
I3.	Неидентифицированный пик	I,92
I4.	Циклогексилпропионат	2,05
I5.	Неидентифицированный пик	2,42
I6.	Неидентифицированный пик	3,02
I7.	Циклогексилбутират	3,I6
I8.	Неидентифицированный пик	3,48
I9.	Неидентифицированный пик	3,70
20.	Неидентифицированный пик	4,I3
2I.	Циклогексилвалерат	4,68
22.	Е-капролактон	5,4
23.	Циклогексилкапроат	7,2
24.	Циклогексилиден-циклогексанон-2	I5,2

Продолжительность анализа определяется временем удерживания циклогексилиден-циклогексанона-2 ("дианона").



Черт.I. Хроматограмма к таблице 2

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата



Черт.2. Хроматограмма к таблице 3

Относительные времена удерживания примесей в циклогексаноле, получаемом из фенола

Таблица 3

№ № п/п	Наименование компонента	Относительное время удерживания
I.	Циклогексан + бензол	0,2
2.	Циклогексанол	I,00
3.	Циклогексанон	I,25
4.	Фенол	I,55
5.	Неидентифицированный пик	5,2
6.	Неидентифицированный пик	6,4

Продолжительность анализа определяется временем удерживания пика № 6.

4.3.2.3. Вычисление результата измерений

Содержание компонентов определяют методом внутренней нормализации. Площади пиков вычисляют умножением высоты каждого пика на ширину его, измеренную на половине высоты пика.

Массовую долю определяемой примеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_i = \frac{S_i \cdot 100}{\sum S_к}$$

где: S_i – площадь пика определяемой примеси, мм^2;

$\sum S_к$ – сумма площадей всех пиков, мм^2.

Массовую долю циклогексанола (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = 100 - \sum X_к - W$$

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

где

$\sum X_к$ – массовая доля примесей в циклогексаноле, определенная хроматографическим методом, %;

W – массовая доля воды, определенная по п. 4.4. или 4.5., %.

За результатом измерения массовой доли примесей принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не превышает ± 10 % от вычисляемого значения.

Суммарная относительная погрешность результата измерения составляет ± 10 % при доверительной вероятности 0,95.

Пункт 4.4. Дополнить. "Допускается определять массовую долю воды хроматографическим методом по пункту 4.5.".

4.5. Определение массовой доли воды хроматографическим методом.

Методика предназначена для измерения массовой доли воды в циклогексаноле ректификате. Диапазон измерения массовых долей 0,05–0,2 %.

Продолжительность анализа 25 мин.

4.5.1. Метод измерения

Метод измерения газо-хроматографический, анализ основан на отделении воды от остальных компонентов на хроматографической колонке, заполненной полисорбом I, либо полихромом I, пропитанным полиэтиленгликолем (ПЭГ-1000). Вода фиксируется детектором по теплопроводности. Массовую долю воды измеряют с помощью градуировочной зависимости высоты пика воды от ее массовой доли в градуировочных смесях.

4.5.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

Хроматограф аналитический, газовый, лабораторный серии "Цвет-110" или другого типа, предел обнаружения объемной доли пропана детектором по теплопроводности не превышает 1.10^{-8} % при использовании гелия в качестве газоносителя; диапазон температур термостата колонок от 50 до 400°С, погрешность поддержания заданной температуры не более ± 0,2°С.

Колонки хроматографические насадочные по ГОСТ 16285-80, стальные, с внутренним диаметром 3 мм, длиной 1 и 3 м.

Микрошприц по ГОСТ 22967-82 вместимостью 1.10^{-2} см^3, цена наименьшего деления не превышает 2.10^{-4} см^3 (типа МШ-10), допускаемое отклонение ± 1.10^{-4} см^3.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-80 или весы другого типа с пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего взвешивания деления не более 1.10^{-4}, не ниже 2 класса точности.

Меры массы общего назначения по ГОСТ 7328-82.

Линейка-300 по ГОСТ 427-75, цена наименьшего деления 1 мм.

Секундомер механический класса 1 по ГОСТ 5072-79.

Шкаф сушильный электрический типа 2В-151 по ТУ 64-1-1411-78 или другого типа с диапазоном регулирования температуры от 40 до 200°С.

Колба Кн-1-50-14/23 ГОСТ 25336-82.

Гелий газообразный по ТУ 51-689-75, осч, допускается использовать гелий газообразный по ТУ 51-940-80, марка Б.

Полихром-1 по ТУ 6-09-3603-74, размер зерен 0,25-0,50 мм.

Полиэтиленгликоль молекулярного веса 1000, для хроматографии, производство ФРГ (ПЭГ).

Полисорб-1 по ТУ 6-09-3602-74, размер зерен 0,10-0,20 мм.

Циклогексанол по ТУ 113-03-358-83.

Хлороформ по ГОСТ 20015-74, х.ч.

Ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.

Эфир этиловый по ОСТ 84-2006-88.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с массовой долей 36 %.

Стеклоткань по ГОСТ 10727-73.

4.5.3. Условия выполнения измерений

Температура окружающего воздуха от + 10 до 35°С.

Напряжение переменного тока, питающего хроматограф 220^{+22}_{-33} В.

Относительная влажность окружающего воздуха от 30 до 80 %.

Атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.).

Частота переменного тока, питающего хроматограф, (50 ± 1) Гц.

4.5.4. Подготовка к выполнению измерений.

4.5.4.1. Подготовка наполнителя и заполнение колонок.

Полихром 1 и $ПЭГ_{1000}$, взятый в количестве 10 % от общей массы наполнителя, взвешивают, результаты взвешивания записывают в граммах с точностью до второго десятичного знака.

$ПЭГ_{1000}$ растворяют в хлороформе, объем которого должен превышать объем взятый полихрома 1 в 1,2 раза. Полученный раствор всыпают полихром 1. Затем испаряют хлороформ в вытяжном шкафу при комнатной температуре, до полного отсутствия запаха хлороформа. Затем наполнитель досушивают в сушильном шкафу при 60°С в течение двух часов.

Хроматографическую колонку последовательно промывают раствором соляной кислоты с объемной долей 20 %, дистиллированной водой, затем ацетоном и эфиром, сушат в токе сухого инертного газа при комнатной температуре.

При заполнении колонок полисорбом 1, его вносят небольшими порциями, уплотняя с помощью вакуумирования и равномерного постукивания. Концы заполненной колонки заполняют стеклотканью или стекловолокном.

Перед заполнением колонок насадкой с полихромом I, насадку и хроматографическую колонку предварительно охлаждают в холодильнике (4–6°С) в течение I–2 часов. Затем заполняют колонку, как описано выше.

Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течении 8–I0 ч, постепенно поднимая температуру от комнатной до I80°С (колонка с полисорбом I), либо до I30°С (колонка с $ПЭГ_{I000}$ на полихроме I). Затем выдерживают колонку при этой температуре еще I0–I5 часов. Расход газа-носителя при кондиционировании 3 $дм^3$/ч.

Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

4.5.4.2. Режим работы хроматографа при градуировке и проведении испытаний.

Объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин	50
Температура термостата, °С	
для колонок с полисорбом I	I30
для колонок с $ПЭГ_{I000}$ на полихроме I	I20
Температура термостата детектора, °С	I40
Температура испарителя, °С	I50
Объем пробы при градуировке и анализе, $см^3$	$3.I0^{-3}$
Ток детектора, мА	200
Скорость диаграмной ленты, мм/ч	600
Длина колонки с полисорбом I, м	I,0
Длина колонки с $ПЭГ_{I000}$ на полихроме I, м	3,0

Приведенные параметры режима хроматографа разрешается корректировать, если при этом не ухудшаются точностные характеристики методики.

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

4.5.4.3. Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа осуществляют по градуировочным растворам воды в циклогексаноле. Градуировочные растворы готовят весовым методом. В коническую колбу, вместимостью 50 $см^3$ вносят последовательно циклогексанол и воду. Результаты всех взвешиваний по разности записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака. Предварительно определяют методом Фишера (п. 4.4.) массовую долю воды в циклогексаноле, который используют для приготовления градуировочных растворов. Допускается применение для этой цели хроматографического метода добавок по п. 4.5.5. Готовят не менее пяти градуировочных растворов, перекрывающих весь диапазон массовой доли воды в циклогексаноле.

Каждый градуировочный раствор вводить не менее трех раз в хроматограф, работающий в стабильном режиме сухим шприцом. Измеряют линейкой высоту пика воды и рассчитывают среднее значение высоты пика воды для каждого градуировочного раствора ($\bar{h}_i$). Затем рассчитывают градуировочную характеристику хроматографа (K_{H_2O}) по формуле:

$$K_{H_2O} = \frac{\sum x_i \cdot \bar{h}_i}{\sum (x_i)^2}$$

где:

x_i - массовая доля воды в i-том градуировочном растворе.

Допускается построение градуировочного графика в координатах: высота пика воды ($\bar{h}_i$) по оси ординат и массовая доля воды (x_i) по оси абсцисс.

Проверяют градуировочную характеристику прибора один раз в неделю и обязательно при любых изменениях режима работы хроматографа или после его ремонта.

4.5.5. Выполнение измерений и вычисление результата.

Режим работы хроматографа при анализе должен быть точно таким же, как при градуировке и строго постоянным.

В испаритель хроматографа, работающего в стабильном режиме, вводят сухим шприцом исследуемую пробу циклогексанола. Пробу хроматографируют дважды и измеряют высоту пика воды линейкой. Рассчитывают среднее значение высоты пика воды ($\bar{h}_{пр}$) и вычисляют массовую долю воды ($X_{пр}$) в пробе по формуле:

$$X_{пр} = K_{H_2O} \cdot \bar{h}_{пр}$$

Если градуировочная характеристика хроматографа была представлена в виде градуировочного графика, массовую долю воды в анализируемой пробе определяют по градуировочному графику.

Пределы допускаемого значения относительной суммарной погрешности результатов измерений 8 и 6 % при доверительной вероятности 0,95 (для массовых долей воды 0,04 и 0,14 % соответственно).

Допускается измерение массовой доли воды в циклогексаноле методом добавок, если при этом не ухудшаются точностные характеристики методики.

Взвешивают навеску анализируемой пробы циклогексанола (около 20 г). Добавляют навеску воды – m_{H_2O} (около 0,01 г). Результаты взвешиваний по разности записывают в граммах с точностью до четвертого знака.

Сухим шприцом вводят в хроматограф два, три раза пробу анализируемого циклогексанола. Затем вводят точно такой же объем приготовленной пробы с добавкой воды, также два, три раза. Измеряют линейкой высоты пиков и рассчитывают среднее значение высоты пика воды для каждой пробы.

Массовую долю воды в исследуемой пробе циклогексанола вычисляют по формуле:

$$X_{пр} = \frac{\bar{h}_1 \cdot m_{H_2O} \cdot 100}{(\bar{h}_2 - \bar{h}_1) \cdot m_{пр}}$$

где: $\bar{h}_1$ и $\bar{h}_2$ – высота пика воды на хроматограмме анализируемой пробы циклогексанола и на хроматограмме пробы с добавкой воды, соответственно, мм;

m_{H_2O} – масса вода, добавленной к пробе циклогексанола, г;

$m_{пр}$ – масса пробы циклогексанола, г.

4.5.6. В виду отсутствия стандартных образцов состава, контрольных методик и других средств и методов поверки правильности методики контроль точности осуществляется по величине допускаемого расхождения между параллельными наблюдениями, абсолютное значение расхождений между которыми не превышает 0,006 и 0,01% для массовых долей воды 0,04 и 0,17% соответственно.

КАТАЛОЖНЫЙ ЛИСТ ПРОДУКЦИИ

Код ОКП: 01 | 2617 | Группа КГС: 02 | Л21 | Классификационный номер: 03 | 2406677/02

Код ОКП: 11

Наименование продукции по ТУ: 12

Обозначение продукции по ТУ: 13

Обозначение ТУ (новое): 14 | ТУ 113-03-358-83, изменение №2

Наименование ТУ: 15

Код предприятия-изготовителя по ОКПО: 16

Наименование предприятия-изготовителя: 17

Адрес предприятия-изготовителя (страна, город, улица, дом): 18

Телефон: 19 | Телефакс: 20

Телекс: 21 | Teletex: 22

Наименование держателя подлинника ТУ: 23

Адрес держателя подлинника ТУ (страна, город, дом и т.д.): 24

Дата начала выпуска продукции: 25

Дата введения в действие ТУ: 26 | Снятие ограничения срока действия

Номер сертификата соответствия (или знака соответствия): 27

30. Основные показатели продукции

№	Наименование показателя	Единица измерения	Значение показателя