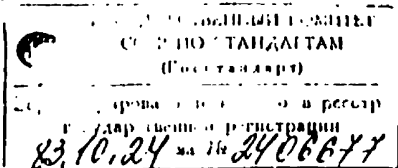


МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

КОД ОКП 24 2353

661.7 : 547.531.3

УДК 547.547.21 (083.7*)



Группа Д 27

Зарегистрировано в ВИЭС

за №

от " " 1983г

СОГЛАСОВАНО

ГИИЦВЕТМЕТ

Заместитель директора
по НИР

письмо №С-13-1380.К.Соколов

" 22 " 04 1983г

УТВЕРЖДЕНО

В/О "СОКЗАЗОТ"

Заместитель начальника

А.А.Орлов

" 3 " 8 1983г

ЦИКЛОГЕКСАНОЛ-РЕКТИФИКАТ

Технические условия

ТУ И13-03-358-83

(Взамен ТУ 6-03-358-74)

Срок введения с 01.01.1984г

Срок действия до 01.01.1989г

СОГЛАСОВАНО

Ивановское п.о. "Умпром"

Главный инженер

письмо №4-13/307 Г.М.Подерягин

" 5 " 04 1983г

РАЗРАБОТАНО

Г.И.П.

Заместитель директора по НИР

Н.М.Чечулин

" 5 " 04 1983г

Зириновский свиной
комбинат

Заместитель начальника ТО

письмо №17-1/257 А.И.Табакон

" 28 " 04 1983г

Зав. сектором НИО-5

В.Р.Ручинок

" 14 " 17 1983г

Щекинское п.о. "Азот"

Главный инженер

письмо №10-93-7018 Б.И.Лурье

" 26 " 05 1983г

Зав. отделом стандартизации

О.А.Добровольский

" 19 " 17 1983г

Продолжение на следующем листе.

Лист № 1 из 1. Подпись и дата

СОГЛАСОВАНО

Северодонецкое п.о. "Азот"

Главный инженер

письмо № 26-05-11В В.И. Вячеславов

" 16 " 05 1983г

Дзержинское п.о. "Капролактан"

Зам. главного инженера

письмо № ОУК-163 В.Я. Колесников

" 27 " 06 1983г

МПС

Бюро экспертизы стандартов
Главного грузового управления

Начальник

письмо
№ 2233-04/2257 Д.И. Шафрыкин

" 21 " 04 1983г

ЦК профсоюза рабочих химической
и нефтехимической промышленности

Зав. отделом охраны труда

письмо № 068-539 Д.М. Семин

" 25 " 05 1983г

1983г

№ п/п	Добавки к форме	Всего

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

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. По физико-химическим показателям циклогексанол-ректификат должен соответствовать нормам, указанным в табл.1.

Таблица 1.

№ п/п	Наименование показателей	Норма	
		аттестации не подлежит (не оценивается по категориям качества)	
	КОД ОКП	24 2353 0100	
1.	Плотность при 25 °С, г/см ³	0,945 ± 0,002	
2.	Массовая доля циклогексанола, %, не менее	97,0	
3.	Массовая доля примесей, %, не более	3,0	
	в том числе:		
	циклогексанола, %, не более	1,0	
4.	Массовая доля воды, %, не более	0,1	

ТУ 113-03-358-83

Цикл.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
Разраб.				
Проб.				
Контр.				
Утв.				

Циклогексанол-ректификат.
Технические условия.

Лист	Лист	Листов
А	3	16
ГИАП		

Подпись и дата
 Цикл. лист
 Разраб. Проб.
 Контр. Утв.
 Подпись и дата

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/м³, 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.

Инд. № инст. Подпись и дата выд. инст. Подпись и дата

Инд. № инст.	Подпись и дата выд. инст.	Подпись и дата		

ТУ 113-03-358-83

Лист
4

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ.

3.1. Циклогексанол-ректификат принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, но не более 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, класса 9, подкласса 9.2;
- ж) обозначение настоящих ТУ.

При поставке циклогексанола в шестернях каждую шестерню 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 см³ 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).

Цикл. и моды
Получено и доставлено
Цикл и моды
Получено и доставлено
Цикл и моды
Получено и доставлено

Изм.	Лист	и докум	Подп	Дата	

4.3. Хроматографическое определение массовой доли циклогексанола и примесей.

4.3.1. 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-10.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-80, 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 11882-73.

Фаза жидкая - жидкость кремнийорганическая (ПММС-4) по ГОСТ 15866-70.

Фаза твердая:

хромосорб W, марки AW-DMCS, зернами размером 0,16 - 0,20;

хроматон N, марки AW - HMD S, зернами размером 0,16 - 0,20;

хроматон N, марки AW или AW - DMCS, зернами размером 0,25-0,32, пропитанный 15% карбовакса 1500.

Изопропилциклогексан, чистота, не менее 95%.

Метилизобутилкарбинол, чистота, не менее 95%.

Фенол по ГОСТ 6417-72.

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 ангидрида.

15,0 г кремнийорганической жидкости растворяют в 50-70 см³ этилового эфира.

Полученным раствором пропитывают 35 г хроматона или хромосорба.

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

Шиф. и подл. Подпись и дата
Воп. инст. и Шиф. и подл. Подпись и дата
Шиф. и подл. Подпись и дата

ИЗМ	ЛИСТ	И докум	Подл.	Дата

ТУ 113-03-358-83

Лист
6

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 дм³/ч при 180°C. 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, °C	180
Температура испарителя, °C	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 циклогексанола. Порядок выхода компонентов показан на черт. I, а относительное время удерживания каждого приведены в табл. 2.

Таблица 2

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

ТУ 113-03-358-83

Вид. и подл. Подпись и дата
 Вид. и подл. Подпись и дата
 Вид. и подл. Подпись и дата

Изм.	Ист.	И. Волков	Подп.	Дата

1	2	3
11.	Неидентифицированный пик	1,61
12.	Неидентифицированный пик	1,73
13.	Неидентифицированный пик	1,92
14.	Циклогексохлорид	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.	Циклогексидекалат	4,68
22.	ε - капролактон	5,4
23.	Циклогексикапроат	7,2
24.	Циклогексамин-циклогексанон-2	15,2

Продолжительность анализа определяется временем удерживания циклогексамин-циклогексанона-2 (дманона).

4.3.2.3. Обработка результатов.

Содержание компонентов определяют методом внутренней нормализации. Площадь 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:

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

где

S_i - площадь пика определяемой примеси, мм²;

$\sum S_k$ - сумма площадей всех пиков, мм².

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

$$K = \frac{C_1 \cdot S_2}{C_2 \cdot S_1}$$

где

C_1 - концентрация циклогексанона, %, вес;

S_1 - площадь пика циклогексанона, мм²;

C_2 - концентрация циклогексанола, %, вес;

S_2 - площадь пика циклогексанола, мм².

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

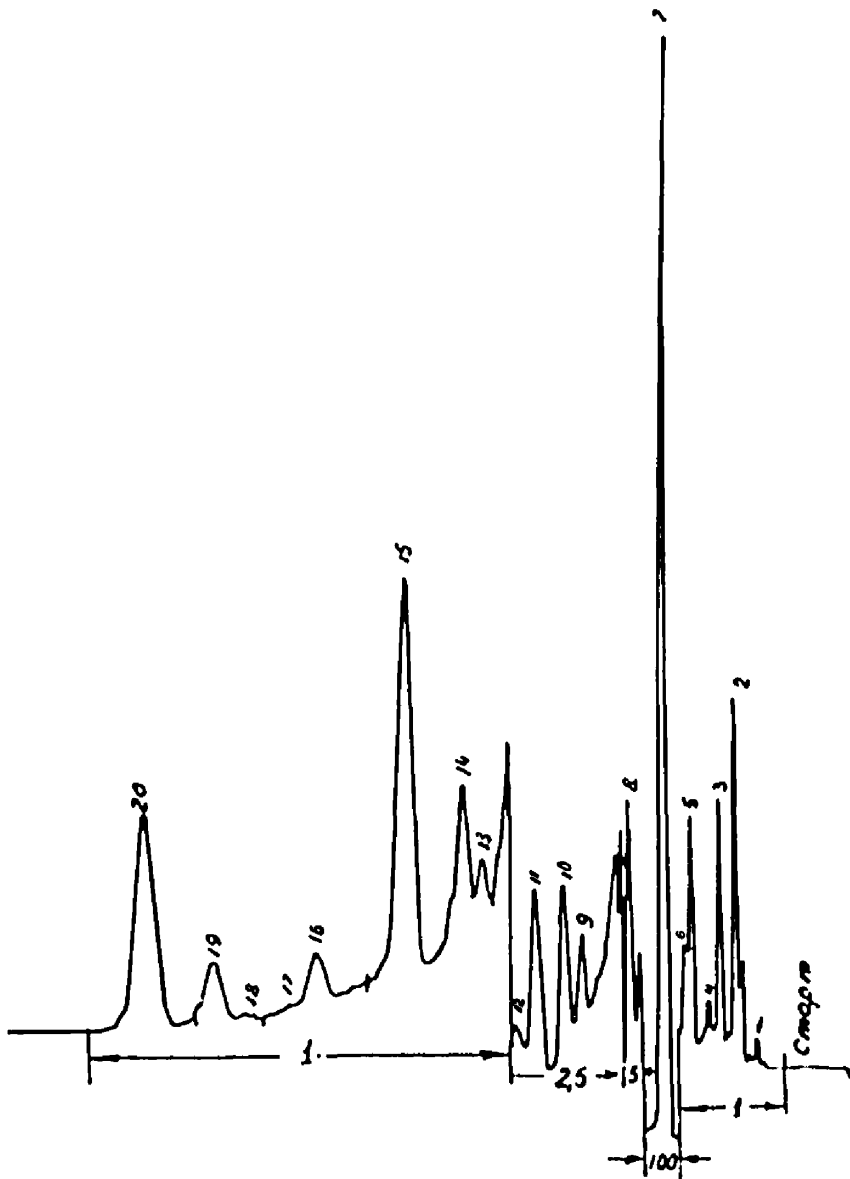
№ п. подл. / Выход и дата / Дата и время / Подпись и дата

Изд. лист	№ докум.	Подл.	Дата
-----------	----------	-------	------

ТУ 113-03-358-83

Лист
8

№№ п. подл. / Вещество и дата / Весов. часть / № инв. / № докум. / Подпись и дата



Черт. I. Хроматограмма к п. 4.3.2.2.

№ п. подл.	Вещество и дата	Весов. часть	№ инв.	№ докум.	Подпись	Дата

ТУ ИГЗ-03-358-83

Лист
9

$$x = 100 - \sum S_i - w$$

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 $\pm 5\%$.

Суммарная относительная погрешность результатов измерения составляет $\pm 10\%$ 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 $N-AW-DMS$, пропитанным 15% карбовакса 1500.

Заполненную колонку устанавливают в прибор и продувают газом-носителем, не подсоединяя ее к детектору, при $180^\circ C$ в течение 4-5 ч. Объемный расход газа-носителя при продувке колонки $4 \text{ дм}^3/\text{ч}$.

4.3.3.2. Проведение анализа.

Режим работы хроматографа.

Длина колонки, м 2

Диаметр колонки, мм 4

Температура колонки $104^\circ C$, после выхода циклогексанола повышается до $180^\circ C$.

Температура испарителя, $^\circ C$ 200

Объемный расход азота, $\text{дм}^3/\text{ч}$ 4

Объемный расход водорода, $\text{дм}^3/\text{ч}$ 2,5

Объемный расход воздуха, $\text{дм}^3/\text{ч}$ 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

Имя и подпись/подпись и дата
Имя и подпись/подпись и дата
Имя и подпись/подпись и дата
Имя и подпись/подпись и дата

Имя	Подпись	Имя	Подпись	Дата

в количестве 0,001 см³ вводит 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.	Метилізобутилкарбонил	0,35
5.	Неидентифицированный пик	0,41
6.	Этилцеллозоль	0,47
7.	Неидентифицированный пик	0,78
8.	Циклогексанон	1,00
9.	Циклогексанол	1,4
10.	Неидентифицированный пик	2,1-2,2
II.	Фенол	3,2 ^{x)}

x) Данные по удерживанию фенола определены при температуре 180 °С. Для этого после выхода пика циклогексананола включают нагрев термостата до 180 °С. После выхода фенола в термостате вновь устанавливается температура 104 °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:

$$X_k = \frac{S_k \cdot K_k \cdot A_{ст} \cdot 100}{S_{ст}}$$

где

A_{ст} - навеска стандарта, г;

Изб. и подл. Подпись и дата
 Влаж. смес. и подл. Подпись и дата
 Влаж. смес. и подл. Подпись и дата

Мет.	Анал.	и докум.	Подп.	Дата

S_k - площадь пика определяемой примеси, мм²;

$S_{ст}$ - площадь пика стандарта, мм²;

K_k - калибровочный коэффициент определяемой примеси.

Величину калибровочного коэффициента определяют по искусственно составленным смесям по формуле:

$$K_k = \frac{a_k \cdot S_{ст}}{a_{ст} S_k}$$

где

a_k - 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 измеряют высоту пика. Расчет калибровочных коэффициентов для этих примесей производят также по высотам.

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

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

$$X_I = 100 - \sum X_R - W$$

где

$\sum X_R$ - сумма примесей в циклогексанол-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 $\pm 10\%$ при доверительной вероятности 0,95.

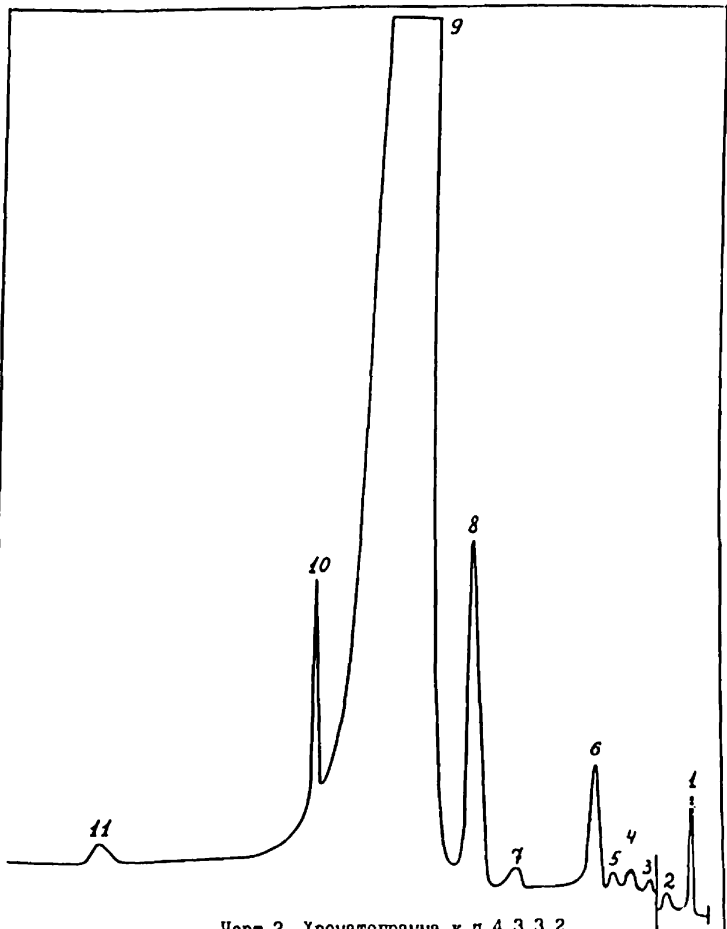
Исп. и подп. / Подпись и дата / Власт. свид. / Имя и подпись / Подпись и дата

Исп.	Исп.	Исп.	Исп.	Исп.
Имя	Имя	Имя	Имя	Имя
Подп.	Подп.	Подп.	Подп.	Подп.
Дата	Дата	Дата	Дата	Дата

ТУ 113-03-358-83

Лист

12



Черт 2. Хроматограмма к п.4.3.3.2

1.- циклогексан; 2- изопропилциклогексан; 3- неидентифицированный пик; 4-метилізобутилкарбанол; 5-неидентифицированный пик; 6-этилцеллозольв; 7-неидентифицированный пик; 8-циклогексанон; 9-циклогексанола; 10-неидентифицированный пик; 11-фенол.

№ п/п № докум. Подпись и дата
 № п/п № докум. Подпись и дата

№ п/п	№ докум.	Подпись	Дата

Т7 И13- 03-358-83

Лист
13

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.

Лук 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 1 год со дня изготовления.

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

№№ п/п подл. / Подпись и дата / Дата / Подпись и дата / Дата / Подпись и дата / Дата

Исп.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

ТУ 113-03-358-83

Лист

14

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 кремнийоргани- ческая ПМС-4	6
ГОСТ 6417-72	Фенол	6
ГОСТ 2603-79	Ацетон	6
ГОСТ 24615-81	Циклогексанон техни- ческий	6
ГОСТ 8313-76	Этилцеллозольв	6
ГОСТ 14870-77	Методы определения со- держания воды	12

№ п/п
 № докум.
 № докум.
 № докум.
 № докум.
 № докум.

Изд.	Изм.	И доп.	Изм.	Дата

ТУ 113-03 358-83

Изм
15

Лист регистрационной

№ п/п	Номера листов (страниц)				Всего листов (страниц) в документе	№ докум.	Поставлен ли сопроводительный докум. и дата	В. инв.	Дата
	иcчeсн. ный	замeкн. ный	новыe	извeстныe					

№ докум. _____
 Дата _____
 Подпись _____
 Дата _____
 Подпись _____

МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

ОКП 24 2353 0100

УДК 661.7.547.594.3
Группа Д 21
Зарегистрировано в МЦСМ
за № _____
от "___" _____ 1988 г.

СОГЛАСОВАНО

УТВЕРЖДАЮ

1036/86

ГИНЦВЕТМЕТ

Г И А П

Зиметатель директора
по НИР

директор по НИР

письмо
№ 00-19-768 О.К. Соколов
"22" 03 1988 г.



И.М. Кисель
1988 г.

ИЗВЕЩЕНИЕ № I

об изменении ТУ П13-03-358-83 "Циклогексанол-ректификат"

Срок введения с 01.01.1989 г.

СОГЛАСОВАНО

РАЗРАБОТАНО

Химико-фармацевтический
комбинат "Агрихин"
Главный инженер

Г И А П

письмо
№ 89/33 В.А. Быков
"10" 03 1988 г.



директор ГИАП
М.А. Кидков
1988 г.

Зрянковский свинцовый
комбинат
Начальник ТО

Заведующий ГНИО-4

письмо
№ 17-17/88 Д.И. Фильшин
"21" 03 1988 г.

Н.А. Луианов
"15" 09 1988 г.

Воронежский завод СК
Главный технолог

Заведующий НИО-9

письмо
№ 15/11-1-543 Г.М. Грачев
"20" 07 1988 г.

О.А. Добровольский
"___" ___ 1988 г.

Мекинское ПО "Азот"
Главный инженер

письмо
№ 91-2383 Б.И. Дурье
"02" 09 1988 г.

Зарегистрировано
МЦСМ Госстандарта
240667/01 от 22.09.88 19 г.

Лист № подл. Подпись и дата Владельца

808-241
13.10.88

СОГЛАСОВАНО

Продолжение титульного листа
Известия № I об изменении
ТУ 113-02-358-83

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

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

Дзержинское ПО "Капролактамы"
Главный инженер
телеграмм № 11561 А.Д.Макаров
" 31 " 08 1988г

Шиф. № колл.	Подпись и дата	Взамен шиф. №

Титульный лист.

Продлить срок действия ТУ ПЗ-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:

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

Хроматограф лабораторный, комплектуется:

- детектором ионизации в пламени, чувствительность детектора не ниже $4 \cdot 10^{-6}$ Кд/мг;

- термостатом колонок, обеспечивающим температуру не ниже 240°C , погрешность поддержания заданной температуры не превышает $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$; погрешность установки температуры не более $\pm 3^{\circ}\text{C}$;

- блоком программирования температуры, обеспечивающим скорость подъема температуры $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$; погрешность установки скорости нагрева не превышает $\pm 2\%$ от установленного значения;

- блоком питания ионизационных детекторов и контроля температуры: для питания ячеек дифференциального детектора ионизации в пламени, контроля температуры термостата колонок и испарителя в диапазоне до плюс 250°C ; для установки и поддержания температуры хроматографа в диапазоне 230°C , погрешность установки температуры испарителя не более $\pm 5^{\circ}\text{C}$;

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

Изм. № 1 от 01.01.94. Подп. и дата
Изм. № 2 от 01.01.94. Подп. и дата
Изм. № 3 от 01.01.94. Подп. и дата

Извещение № I об изменении ТУ ПЗ-03-358-83

Изм. лист	№ докум.	Подпись	Дата
Разраб	Магалева	И.Р.	
Проф.			
И.Колта			
Итб.			

Циклогексанол-ректификат

Лист	Лист	Листов
1	3	16
ГИАН		

от установленного значения; относительное изменение расхода газа-носителя, вызванное изменением выходного давления в 4 раза не более $\pm 0,5\%$, от установленного значения, степень очистки газов (фоновый ток ионизационного детектора) не более $1,5 \cdot 10^{-11} \text{ А}$;

- электронным автоматическим потенциометром со шкалой 1 мВ; погрешность показания прибора $\pm 0,5\%$;

- 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 $1 \cdot 10^{-2} \text{ см}^3$, цена наименьшего деления не превышает $2 \cdot 10^{-4} \text{ см}^3$ (типа МШ-10), допускаемое отклонение $\pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ см}^3$.

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 I 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 I.

Бидность кремнийорганическая ПМС-4 по ГОСТ 15886-70.

Хромсорб W, марки AW - ДМСС, зернами размером 0,16 - 0,20 мм.

Хроматон N, марки AW - НМДС, зернами размером 0,16 - 0,20 мм.

Эфир этиловый по ОСТ 84-2006-88.

Шиф. № подл.	Подп.	и	дата.
Шиф. № докум.	Подп.		
Идент. шиф. №			
Шиф. № подл.	Подп.	и	дата.

Шиф. № подл.	Подп.	и	дата.	Извещение № I об изменении ТУ 113-03-358-83	Лист 4
Шиф. № подл.	Подп.	и	дата.		

4.3.2. Определение массовой доли циклогексанола.

4.3.2.1. Подготовка сорбента.

15,0 г кремнийорганической жидкости (результат измерения массы записывают с точностью до первого десятичного знака) растворяют в 50-70 см³ 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 выбратора или равномерным постукиванием по стенке колонки. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя в детектору, продувают азотом, с объемным расходом 4-6 дм³/ч при 180°C. 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, °C	180
Температура испарителя, °C	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	0,001

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

Шиф. № пробы. Дата. Подп. и дата. Видим. шиф. №. Шиф. № докум. Подп. и дата.

Шиф. № пробы	Дата	Подп.	Дата
Видим. шиф. №	Шиф. № докум.	Подпись	Дата

Извещение № I об изменении
ТУ 113-03-358-83

Лист

5

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 удержи- вания
1.	Циклогексан	0,16
2.	N-амиловый спирт	0,31
3.	Циклопентанол	0,42
4.	Неидентифицированный пик	0,46
5.	Циклопентанол	0,55
6.	Гептанол-2	0,68
7.	Циклогексанол	0,78
8.	Циклогексанон	1,0
9.	Циклогексенон	1,37
10.	Циклогексиллацетат	1,45
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.	Циклогексивалерат	4,68
22.	ε-капролактон	5,4
23.	Циклогексикапроат	7,2
24.	Циклогексимицен-циклогексанон-2	15,2

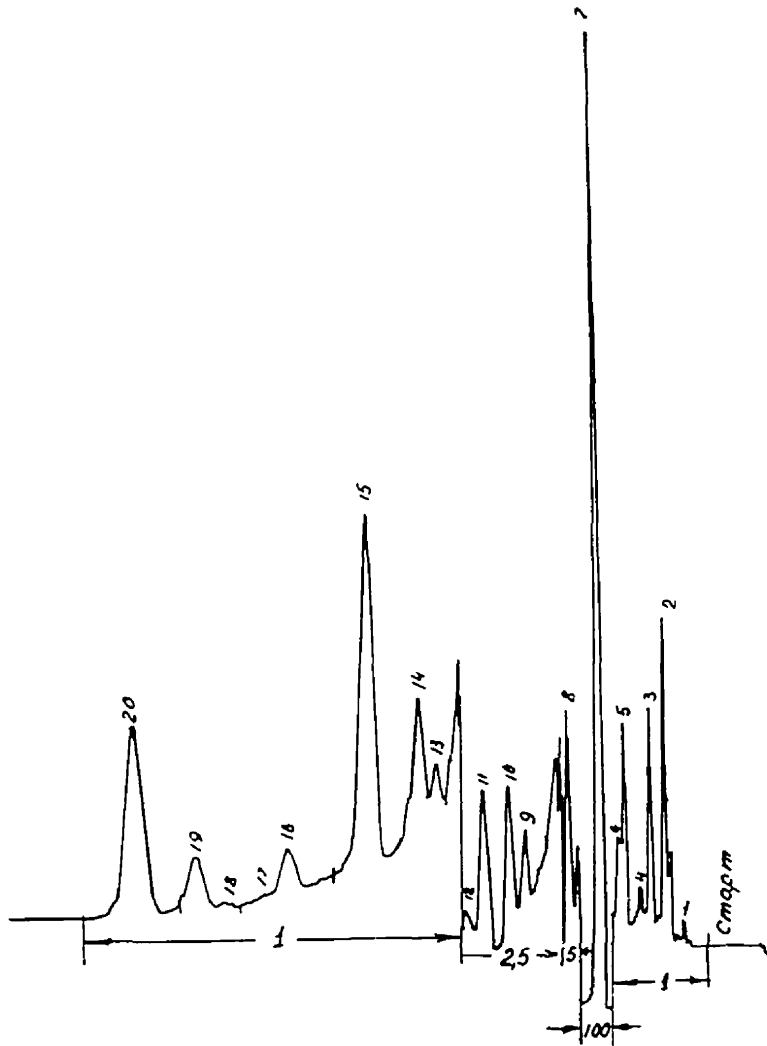
Продолжительность анализа определяется временем удерживания
циклогексимицен-циклогексанона-2 ("дианона").

Взам. инв. № (инв. № дубл.) Подп. и дата
Изд. № подл. Подп. и дата

Изм.	Лист	№ докум	Подпись	Дата

Извещение № I об изменении
ТУ ПЗ-03-358-83

Шиф. № подл.	Подп. и дата	Взам. шиф. №	Шиф. № докум.	Подп. и дата

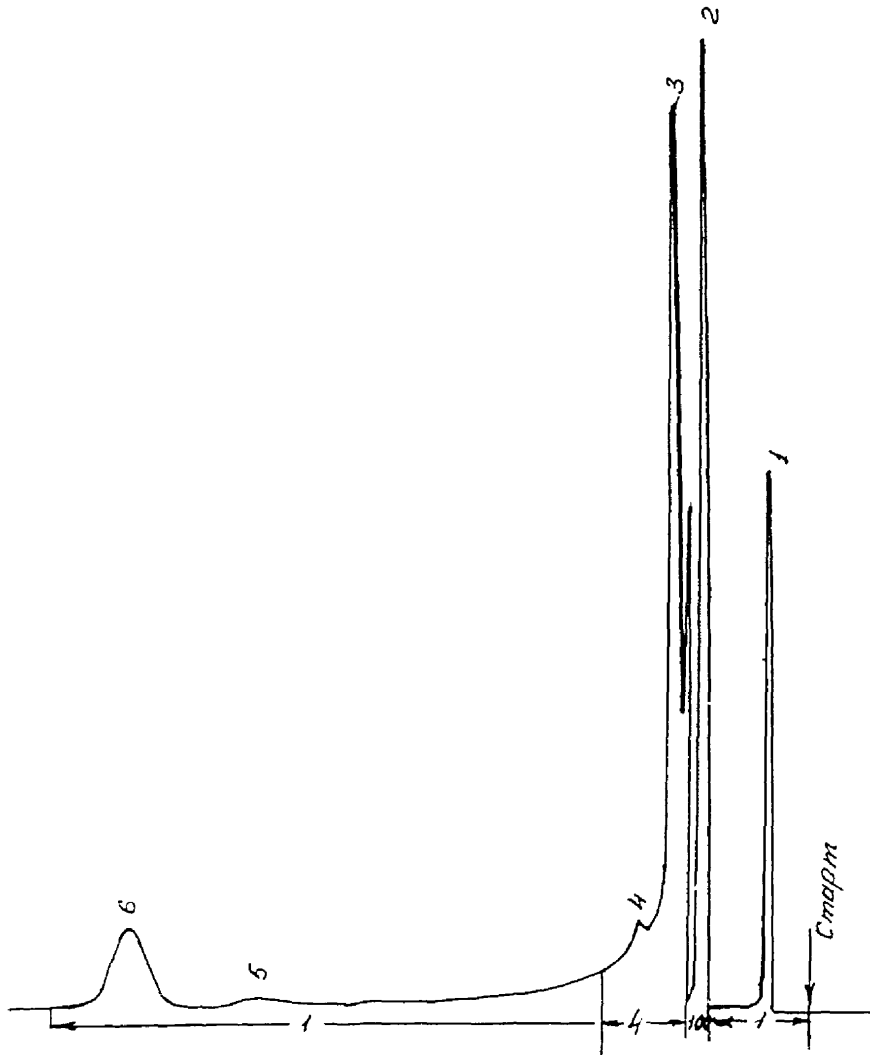


Черт. I. Хроматограмма к таблице 2

Шиф. № подл.	Подп. и дата	Взам. шиф. №	Шиф. № докум.	Подп. и дата

Извещение №1 об изменении
ТУ ИИЗ - 03 - 358 - 83

Инд. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инд. № док. подл.	Подп. и дата



Черт. 2. Хроматограмма к таблице 3

Изд.	Листа	№ докум	Подпись	Дата

Извещение № I об изменении
ТУ И13-03-358-83

Относительные времена удерживания примесей
в циклогексаноле, получаемом из фенола

Таблица 3

№ п/п	Наименование компонента	Относительное время удерживания
1.	Циклогексан + бензол	0,2
2.	Циклогексанол	1,00
3.	Циклогексанон	1,25
4.	Фенол	1,55
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:

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

где: S_i - площадь пика определяемой примеси, мм²;

$\sum S_k$ - сумма площадей всех пиков, мм².

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

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

Шиф. № подл. Подп. и дата. Вид. и шиф. № Шиф. № докум. Подп. и дата.

где

$\sum X_k$ - 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 $\pm 10\%$ от вычисляемого значения.

Суммарная относительная погрешность результата измерения составляет $\pm 10\%$ 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.

Шифр, № подл. Подл. и дата. Власт. шифр, № Шиф. № докум. Подп. и дата.

Шифр	№ подл.	Подл. и дата	Власт. шифр	№ Шиф.	№ докум.	Подп.	и дата

Изменение № I об изменении
ТУ 113-03-358-83

Лист

10

Хроматограф аналитический, газовый, лабораторный серии "Цвет-110" или другого типа, предел обнаружения объемной доли пропана детектором по теплопроводности не превышает $1 \cdot 10^{-8}$ % при использовании гелия в качестве газоносителя; диапазон температур термостата колонок от 50 до 400°C , погрешность поддержания заданной температуры не более $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

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

Микрошприц по ГОСТ 22967-82 вместимостью $1 \cdot 10^{-2}$ см³, цена наименьшего деления не превышает $2 \cdot 10^{-4}$ см³ (типа МШ-10), допускаемое отклонение $\pm 1 \cdot 10^{-4}$ см³.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24108-80 или весы другого типа с пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего взвешивания деления не более $1 \cdot 10^{-4}$, 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 I по ГОСТ 5072-79.

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

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 ФРТ (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.

Число, дата, подл. и дата, заяв. инв. № инв. № дата подл. и дата, инв. № инв. № дата подл. и дата, инв. № инв. № дата подл. и дата

Изм.	Дата	№ докум	Подпись	Дата

Извещение № 1 об изменении
ТУ 113-03-358-83

Лист
//

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°C.

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 I и ПЭГ₁₀₀₀, взятый в количестве 10 % от общей массы наполнителя, взвешивают, результаты взвешивания записывают в граммах с точностью до второго десятичного знака.

ПЭГ₁₀₀₀ растворяют в хлороформе, объем которого должен превышать объем взятый полихрома I в 1,2 раза. Полученный раствор всыпают полихром I. Затем испаряют хлороформ в вытяжном шкафу при комнатной температуре, до полного отсутствия запаха хлороформа. Затем наполнитель досушивают в сушильном шкафу при 60°C 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 I, его вносят небольшими порциями, уплотняя с помощью вакуумирования и равномерного постукивания. Концы заполненной колонки заполняют стеклотканью или стекловолокном.

Шифр № пробы
Исп. и дата
Взам. шифр №
Шифр № докум.
Исп. и дата

Исп.	Исп.	№ докум.	Исп.	Исп.
------	------	----------	------	------

Извещение № I об изменении
ТУ 113-03-358-83

Лист
12

Перед заполнением колонок насадкой с полихромом I, насадку и хроматографическую колонку предварительно охлаждают в холодильнике (4-6°C) в течение 1-2 часов. Затем заполняют колонку, как описано выше.

Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 8-10 ч, постепенно поднимая температуру от комнатной до 180°C (колонка с полисорбом I), либо до 130°C (колонка с ПЭГ₁₀₀₀ на полихроме I). Затем выдерживают колонку при этой температуре еще 10-15 часов. Расход газа-носителя при кондиционировании 3 дм³/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, °C	
для колонок с полисорбом I	130
для колонок с ПЭГ ₁₀₀₀ на полихроме I	120
Температура термостата детектора, °C	140
Температура испарителя, °C	150
Объем пробы при градуировке и анализе, см ³	3 · 10 ⁻³
Ток детектора, мА	200
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	600
Длина колонки с полисорбом I, м	1,0
Длина колонки с ПЭГ ₁₀₀₀ на полихроме I, м	3,0

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

Шифр № пробы, год, и дата
 Шифр № докум. № Шифр № докум. год, 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 см³ 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 вводят 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.

Изд. № 1004
Копия и дата
Взам. инв. № инв. № докум. Подпись Дата

Изд. № 1004	Копия и дата	Взам. инв. № инв.	№ докум.	Подпись	Дата
-------------	--------------	-------------------	----------	---------	------

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}_{np}) и вычисляют массовую долю воды (X_{np}) в пробе по формуле:

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

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.

Изм. № подл. Подп. и дата. Изм. № док. Подп. и дата. Изм. № док. Подп. и дата.

Изм.	Дата	№ док.	Подп.	Дата

Массовую долю воды в исследуемой пробе циклогексанола вычисляют по формуле:

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

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_{np} - масса пробы циклогексанола, г.

4.5.6. В виду отсутствия стандартных образцов состава, контрольных методик и других средств и методов проверки правильности методики контроль точности осуществляется по величине допустимого расхождения между параллельными наблюдениями, абсолютное значение расхождений между которыми не превышает 0,006 и 0,010% для массовых долей воды 0,04 и 0,17% соответственно.

Изм. №	Изм. №	Изм. №	Изм. №	Изм. №
подп.	подп.	подп.	подп.	подп.
и дата	и дата	и дата	и дата	и дата

Изм.	Изм.	Изм.	Изм.	Изм.
№	№	№	№	№
подп.	подп.	подп.	подп.	подп.
и дата	и дата	и дата	и дата	и дата

Извещение № I об изменении
ТУ ИИЗ-03-358-83

Лист

16

КАТАЛОЖНЫЙ ЛИСТ ПРОДУКЦИИ

Код ЦСМ Группа КГС Регистрационный номер

Код ОКП	11	<input type="text"/>
Наименование продукции по ТУ	13	<input type="text"/>
Область применения продукции по ТУ	13	<input type="text"/>
Область применения ТУ (контракт)	14	<input type="text" value="ТУ ИИЗ-03-358-83, изменение №2"/>
Наименование ТУ	15	<input type="text"/>
Код предприятия-изготовителя по ОКПО	16	<input type="text"/>
Имя и фамилия предприятия-изготовителя	17	<input type="text"/>
Адрес предприятия-изготовителя <small>(город, район, улица, дом)</small>	18	<input type="text"/>
Телефон	19	<input type="text"/>
Телефакс	20	<input type="text"/>
Телетекст	21	<input type="text"/>
Телеграф	22	<input type="text"/>
Наименование стандарта-подлинника ТУ	23	<input type="text"/>
Адрес заказчика-подлинника ТУ <small>(город, район, улица, дом и т.д.)</small>	24	<input type="text"/>
Дата начала выпуска продукции	25	<input type="text"/>
Дата окончания действия ТУ	26	<input type="text" value="Снятие ограничения срока действия"/>
Имя и отчество заказчика <small>(или наименование заказчика)</small>	27	<input type="text"/>

30. Основные показатели продукции

№	Наименование показателя	Единица измерения	Значение (показатель)

№	Наименование	Код предприятия	Фамилия	Дата	Телефон
01	Заказчик	0020:023	Котан А.А.	25.04.94	917-18-20
05	Зарегистрировал	200	Сорокина:	25.04.94	437 26 33
09	Внес в каталог				