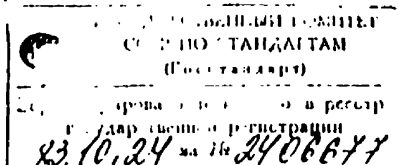


МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

КОД ОКП 24 2353

661.7 : 547.591.3
УДК 547.547.21 (083.74)



Группа Д 27

Зарегистрировано в ВИЭС

за №

от " " 1983г

СОГЛАСОВАНО

ГИИЦВЕТМЕТ

Заместитель директора
по НИР

письмо ИС-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. "Химпром"

Главный инженер

письмо И4-17/307 Г.М. Подерягин

" 5 " 04 1983г

РАЗРАБОТАНО

Г.А.П.

Заместитель директора по НИР

Н.М. Чечулин

" 15 " 05 1983г

Зириновский свищовый
комбинат

Заместитель начальника ТО

письмо И17-17/257 А.И. Табаков

" 28 " 04 1983г

Зав. сектором НИО-5

В.Р. Ручиновский

" 14 " 17 1983г

Щекинское п.о. "Азот"

Главный инженер

письмо И10-93-7018 Б.И. Лурье

" 26 " 05 1983г

Зав. отделом стандартизации

О.А. Добровольский

" 19 " 12 1983г

Продолжение на следующем листе.

СОГЛАСОВАНО

Северодонецкое п.о. "Азот"

Главный инженер

письмо № 26-04-113 В.И. Вячеславов

" 16 " 05 1983г

Дзержинское п.о. "Капролактан"

Зам. главного инженера

письмо № 004-163 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	Подпись и дата	Виза и дата

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).

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 ка- тегориям 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

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

Циклогексанол-ректи-
кат.
Технические условия.

Лист	Лист	Листов
А	3	16
ГИАП		

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.

Пари 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. и метр. Подпись и дата
Инд. и метр. Подпись и дата
Инд. и метр. Подпись и дата

Изд.	Инд.	Инд.	Инд.	Инд.	Инд.
Изд.	Инд.	Инд.	Инд.	Инд.	Инд.
Изд.	Инд.	Инд.	Инд.	Инд.	Инд.

ТУ 113-03-358-83

Лист

4

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, класса точности 2, с пределом взвешивания до 200 г, и класса 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 (ПМС-4) по ГОСТ 15866-70.

Фаза твердая:

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

хроматон N, марки AW - HMDs, 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 анилина.

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 Взам. инст. и Шиф. и подл. Подпись и дата

Шиф. и подл.	Подпись	Дата	Взам. инст.	Шиф. и подл.	Подпись	Дата
инст	инст	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 $\text{дм}^3/\text{ч}$ 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, $^\circ\text{C}$	180
Температура испарителя, $^\circ\text{C}$	230
Объемный расход азота, $\text{дм}^3/\text{ч}$	3
Объемный расход водорода, $\text{дм}^3/\text{ч}$	2
Объемный расход воздуха, $\text{дм}^3/\text{ч}$	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.1, 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.	Циклопентанол	0,55
6.	Гептанол - 2	0,68
7.	Циклогексанола	0,78
8.	Циклогексанола	1,0
9.	Циклогексанола	1,37
10.	Циклогексаклацетат	1,45

ТУ 113-03-358-83

1	2	3
11. Неидентифицированный пик		1,61
12. Неидентифицированный пик		1,73
13. Неидентифицированный пик		1,92
14. Циклогексокарбонат		2,05
15. Неидентифицированный пик		2,42
16. Неидентифицированный пик		3,02
17. Циклогексокарбутрат		3,16
18. Неидентифицированный пик		3,48
19. Неидентифицированный пик		3,70
20. Неидентифицированный пик		4,13
21. Циклогексикалат		4,68
22. В - капролактон		5,4
23. Циклогексикапроат		7,2
24. Циклогексамиден-циклогексанон-2		15,2

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

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:

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

где

S_i - площадь пика определяемой примеси, мм²;

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

Расчет циклогексанона производят с учетом поправочного коэффициента (К), 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/п, Подпись, Дата
Всего, из них, Подпись, Дата
Итого, Подпись, Дата

Итого	Лист	№ докум	Подп.	Дата
-------	------	---------	-------	------

ТУ 113-03-358-83

Лист
8

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

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 $dm^3/ч$.

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, $dm^3/ч$ 4

Объемный расход водорода, $dm^3/ч$ 2,5

Объемный расход воздуха, $dm^3/ч$ 27

Объем вводимой пробы, cm^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

Изд. и подп. / Проверено и дата
Введ. и подп. / Проверено и дата
Введ. и подп. / Проверено и дата

Изд.	Изд.	Изд.	Изд.	Изд.

ТУ 113-03-358-83

Лист
10

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.	Метилізобутылкарбонил	0,35
5.	Неидентифицированный пик	0,41
6.	Этилцеллозоль	0,47
7.	Неидентифицированный пик	0,78
8.	Циклогексанол	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_K) 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;

Исх. и подл. Подпись и дата
Взам. инв. и подл. и дата
Взам. инв. и подл. и дата

Изм. Лист и докум. Подл. Дата

K_k - калибровочный коэффициент определяемой примеси.

$$K_K = \frac{a_K \cdot S_{CT}}{a_{CT} S_K}$$

a_y - наводная компонента, г;

$a_{от}$ - навеска стандарта, г.

При подсчете количества циклогексана и изопропилцикло-
гексана вместо площади измеряют высоту пика. Расчет калибро-
вочных коэффициентов для этих примесей производит также по
высотам.

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

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

$$x_I = 100 - \sum x_r - w$$

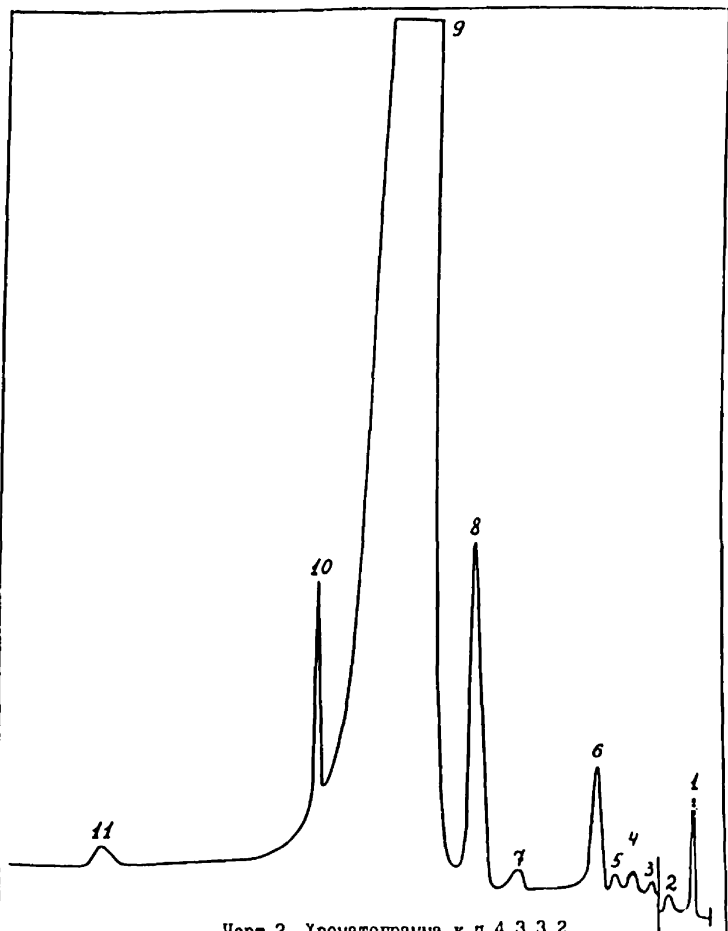
где

$\sum X_K$ - 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.



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-циклогексанол; 10-неидентифицированный пик; 11-фенол.

Изд.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата

Т7 И13- 03-358-83

Лист
13

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

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

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

Лик 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. Циклогексано́л-ректи́фикат в автоцистернах транспортируют согласно Правил перевозки грузов автомобильным транспортом.

5.5. Циклогексано́л-ректи́фикат хранят на складах, предназначенных для хранения легковоспламеняющихся жидкостей.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

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

6.2. Гарантийный срок хранения циклогексано́ла 1 год со дня изготовления.

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

Изд. № 102/11, Подпись и дата: 1988 г. 10.12.11, Изд. № 102/11, Подпись и дата: 1988 г. 10.12.11, Изд. № 102/11, Подпись и дата: 1988 г. 10.12.11

Изд.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	

ТУ 113-03-358-83

Лист
114

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 кокоования. 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 КМС-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

total of male students = 427	female students = 423	total students = 850
------------------------------	-----------------------	----------------------

T4-113-03 358-83

AUG
15

[illegible]

--	--	--	--	--

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

ГИНЦВЕТМЕТ

Зиметатель директора
по НИР

письмо
№ 00-19-768 О.К. Соколов

"22" 03 1988 г.

УТВЕРЖДАЮ

Г И А П



по НИР

И.М. Кисиль

1988 г.

1036/86

ИЗВЕЩЕНИЕ № I

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

Срок введения с 01.01.1989 г.

СОГЛАСОВАНО

Химико-фармацевтический
комбинат "Агрихин"
Главный инженер

письмо
№ 89/33 В.А. Быков

"10" 03 1988 г.

Зыряновский свинцовый
комбинат
Начальник ТО

письмо
№ 17-17/88 В.И. Фильшин

"21" 03 1988 г.

Воронежский завод СК
Главный технолог

письмо
№ 15/1-1-543 Г.М. Грачев

"20" 07 1988 г.

Щекинское ПО "Азот"
Главный инженер

письмо
№ 91-2383 Б.И. Лурье

"02" 09 1988 г.

808-241
13.10.88

РАЗРАБОТАНО

Г И А П



М.А. Кидков

М.А. Кидков

1988 г.

Заведующий ГНИО-4

В.А. Луианов

"15" 09 1988 г.

Заведующий НИО-9

О.А. Добровольский

"___" 1988 г.

28.11.88

Зарегистрировано
МЦСМ Госстандарта
24066/01 от 22.09.88 19 г.

Лист № подл. Подпись и дата Взам. инд. №

СОГЛАСОВАНО

Продолжение титульного листа
Извещения № 1 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

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

Титульный лист.

Продлить срок действия ТУ IIЗ-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 ячейки 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 $\pm 0,5\%$

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

Изм. лист	№ докум.	Подпись	Дата
Разраб	Магальский	И.В.	
Проф.			
И.Колос			
Итб.			

Циклогексанол-ректификат

Лист	Лист	Листов
1	3	16
ГИАП		

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

Шиф. № подл.	Подп.	и дата	Взам. инв. №	Шиф. № докум.	Подп.	и 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.	Н-амиловый спирт	0,31
3.	Циклопентанол	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.	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").

Шифр, № подл. Подп. и дата
Взам инв. № инв. № дубл. Подп. и дата

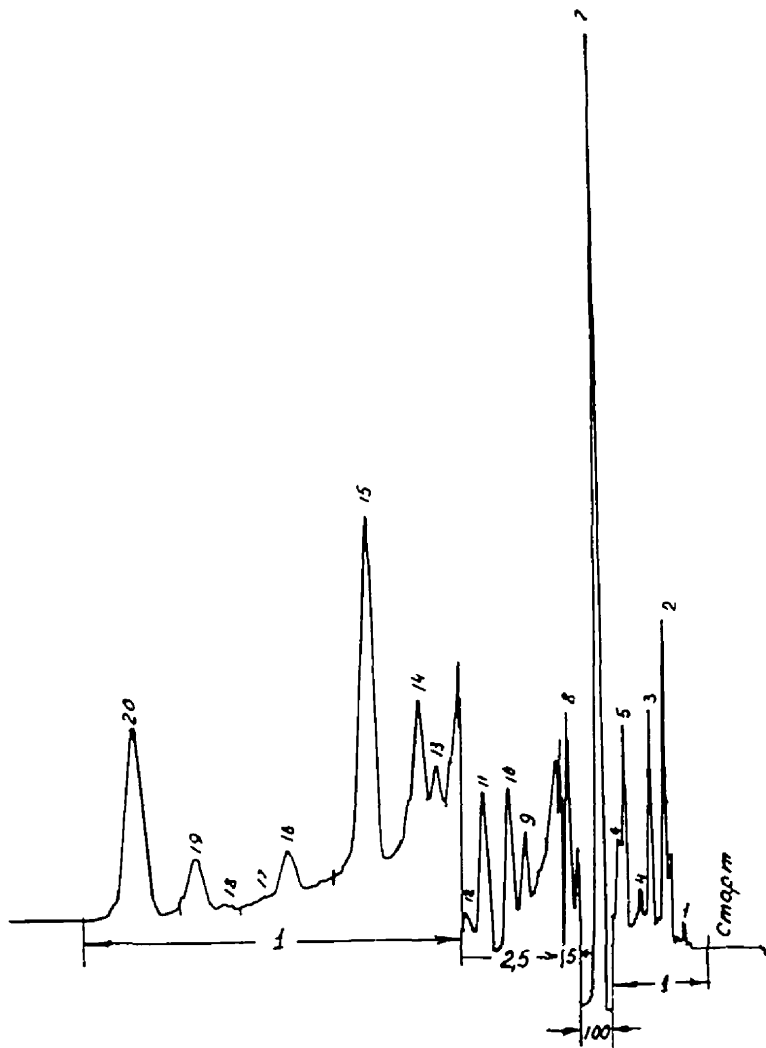
Шифр	Лист	№ докум	Подпись	Дата
------	------	---------	---------	------

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

Лист

6

Шиф. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № для подп. и дата



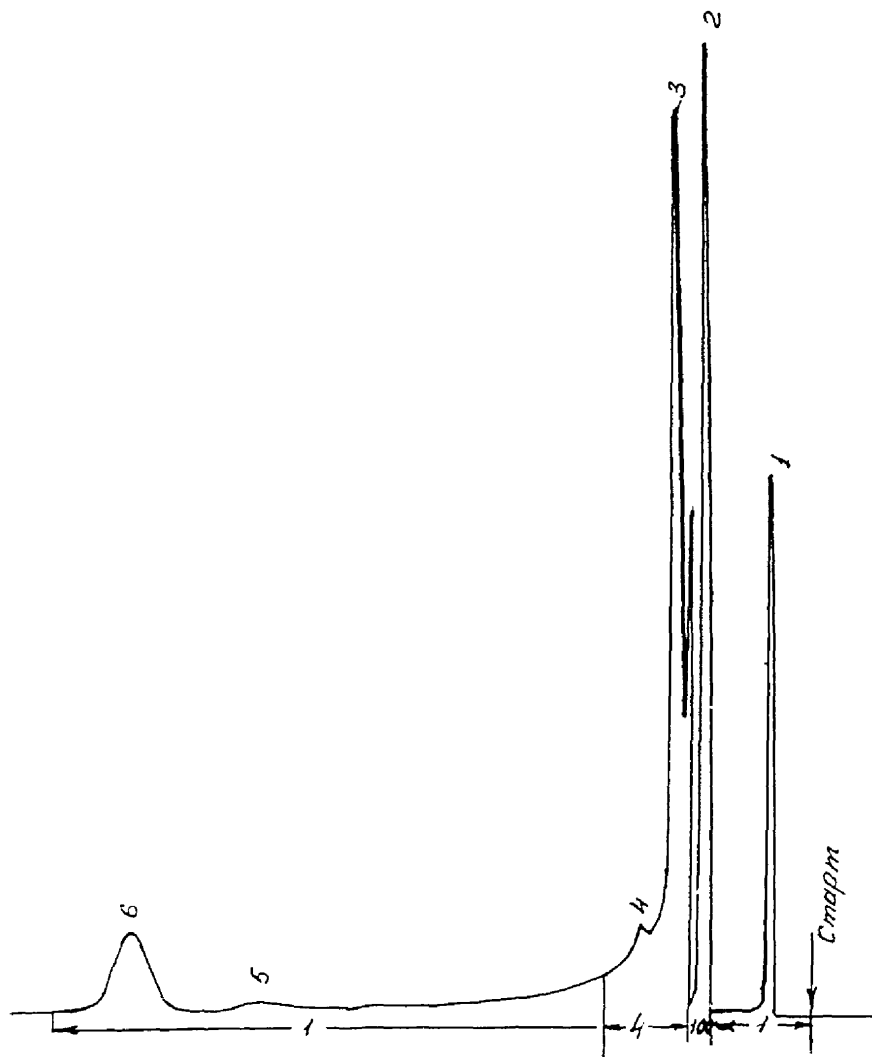
Черт. I. Хроматограмма к таблице 2

Шиф. № подл.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Инв. № для подп. и дата

Извещение №1 об изменении
ТУ И13 - 03 - 358 - 83

Лист
7

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



Черт.2. Хроматограмма к таблице 3

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

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

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

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:

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

где: S_i - площадь пика определяемой примеси, мм²;

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

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

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

Учб. № подл.	подп. и дата	всвм. учб. №	учб. № подл.	подп. и дата

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°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.

инв. № подл.	подп. и дата	взам. инв. №	инв. № подл.	подп. и дата

Мин. Мест.	№ докум.	Подпись	Дата	

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

13

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

13

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.

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

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

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

Лист
14

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}_{H_2O}) и вычисляют массовую долю воды (X_{H_2O}) в пробе по формуле:

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

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 циклогексанолe 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. инв. №. Инв. № докум. Подп. и дата.

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

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

Лист
15

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 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.

инв. № подл.	подп. и дата	Взам. инв. №	инв. № для подл.	подп. и дата

инв.	диск.	№ докум.	подпись	дата

Извещение № I об изменении
ТУ II3-03-358-83

Лист

16

