

МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

КОД ОКП 24 2353



СОЮЗНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
СО СПО "СТАНДАРТАМ"
(Госстандарт)

Государственное агентство по ресурсам

Государственная регистрация
Х3.10.24 № 16 2406677

661.7 : 547.597.5

УДК 547.597.211(087.777)

Группа А 27

Зарегистрировано в ВИМС

за №

от " " 1983г

СОГЛАСОВАНО

ГИАНЦВЕТМЕТ

Заместитель директора
по НИР

письмо НС-13-1981 О.К.Соколов

"22" 04 1983г

УТВЕРЖДЕНО

В/О "СОЮЗАЗОТ"

Заместитель начальника

А.А.Орлов

"3" X

1983г

ЦИКЛОГЕКСАНОЛ-РИКТИФИКАТ

Технические условия

ТУ ИИ3-03-368-83

(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 № 4-18/307 Г.М.Подериягин

"5" 04 1983г

РАЗРАБОТАНО

Г.Л.Ан

Заместитель директора по НИР

И.М.Чечулин

1983г

Зыряновский окислительный
комбинат

Заместитель начальника ТО

письмо № 17-17/257 А.И.Табаков

"28" 04 1983г

Зав.сектором НИО-6

В.Р.Ручинский

1983г

Шекинское п.о. "Азот"

Главный инженер

письмо № 10-93-7013 Б.И.Лурье

"26" 05 1983г

Зав. отделом стандартизации

О.А.Добровольский

1983г

Продолжение на следующем листе.

№	Наименование

Продолжение титульного листа

ТУ ИИЗ-03-358-83

СОГЛАСОВАНО

Северодонецкое п.о. "Азот"

Главный инженер

п/сделано 1/26-09-1983 В.И. Вячеславов

" 16 " 05 1983г

Дзержинское п.о. "Капролактам"

Зам. главного инженера

п/сделано 1/26-09-1983 В.Я. Колеоников

" 27 " 06 1983г

МПС

Бюро экспертизы стандартов
Главного грузового управления

Начальник

п/сделано 1/26-09-1983 Д. И. Шафрикян

" 21 " 04 1983г

ЦК профсоюза рабочих химической
и нефтехимической промышленности

Зав. отделом охраны труда

п/сделано 1/26-09-1983 В.М. Семин

" 25 " 05 1983г

Член КПСС	Работал в зоне	Сделано под №

1983г

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

Формула циклогексанола: $C_6H_{12}OH$.

Молекулярная масса (по международным массам I971г) - 100,16.

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

Циклогексанол примесей бензола не содержит.

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

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.1. 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 ка- тегориям качества)	
	КОД ОКП	24 2353 0100	
1.	Плотность при 25 °C, г/см ³	0,945 ± 0,002	
2.	Массовая доля циклогексанола, %, не менее	97,0	
3.	Массовая доля примесей, %, не более в том числе:	3,0	
	циклогексанона, %, не более	1,0	
4.	Массовая доля воды, %, не более	0,1	

ТУ ИИ3-03-358-83

Шт. / подп.	Подпись и дата

Циклогексанол-ректифи-
кат.
Технические условия.

лист.	лист	листов
A	3	16
ГИАП		

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

Температура плавления - 25,15 °C; температура кипения - 161,1 °C; температура воспламенения - 67 °C.

Циклогексанол с воздухом образует взрывоопасные смеси: нижний - I,52%, верхний - II,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.

Пределно 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 *l*-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. Всё помещения, в которых проводятся работы с циклогексанолом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей содержание пределных 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.

Числ. № мат.	Номер документа	Подпись	дата	Лист
				4

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ.

3.1. Циклогексанол-ректификат принимают партиями. Партией считаются 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, 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 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).

Лист 4 из 4
Распечатано и проверено в соответствии с документом

Циклогексанол-ректификат	Номер	Подпись

ТУ 113-03-358-83

Лист
5

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.

Микрошици 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 жидккая - жидкость кремнийорганическая (ПФМС-4) по ГОСТ 15866-70.

Фаза твердая:

хромосорб W, марки Aw-ДМС , зернами размером 0,16 - 0,20;

хроматон N , марки Aw - НМДС , зернами размером 0,16 - 0,20;

хроматон N , марки Aw или Aw-ДМС , зернами размером 0,25-0,32 , пропитанный 15% карбовакса I500.

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.

Этилцеталоголь 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

Шифр	Годность и сроки	Всех	изделий

изделия	надоум	подп. до 70

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, °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. 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.	Циклогексанол	0,42
4.	Неидентифицированный пик	0,46
5.	Цикlopентанон	0,55
6.	Гептанон - 2	0,68
7.	Циклогексанол	0,78
8.	Циклогексанон	1,0
9.	Циклогексенон	1,37
10.	Циклогексилакцетат	1,45

I	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. В - капролактон		5,4
23. Циклогексилкапроат		7,2
24. Циклогексилден-циклогексанон-2		15,2

Продолжительность анализа определяется временем удерживания циклогексилден-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:

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

где

S_i – площадь пика определяемой примеси, мм^2 ;

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

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, мм^2 ;

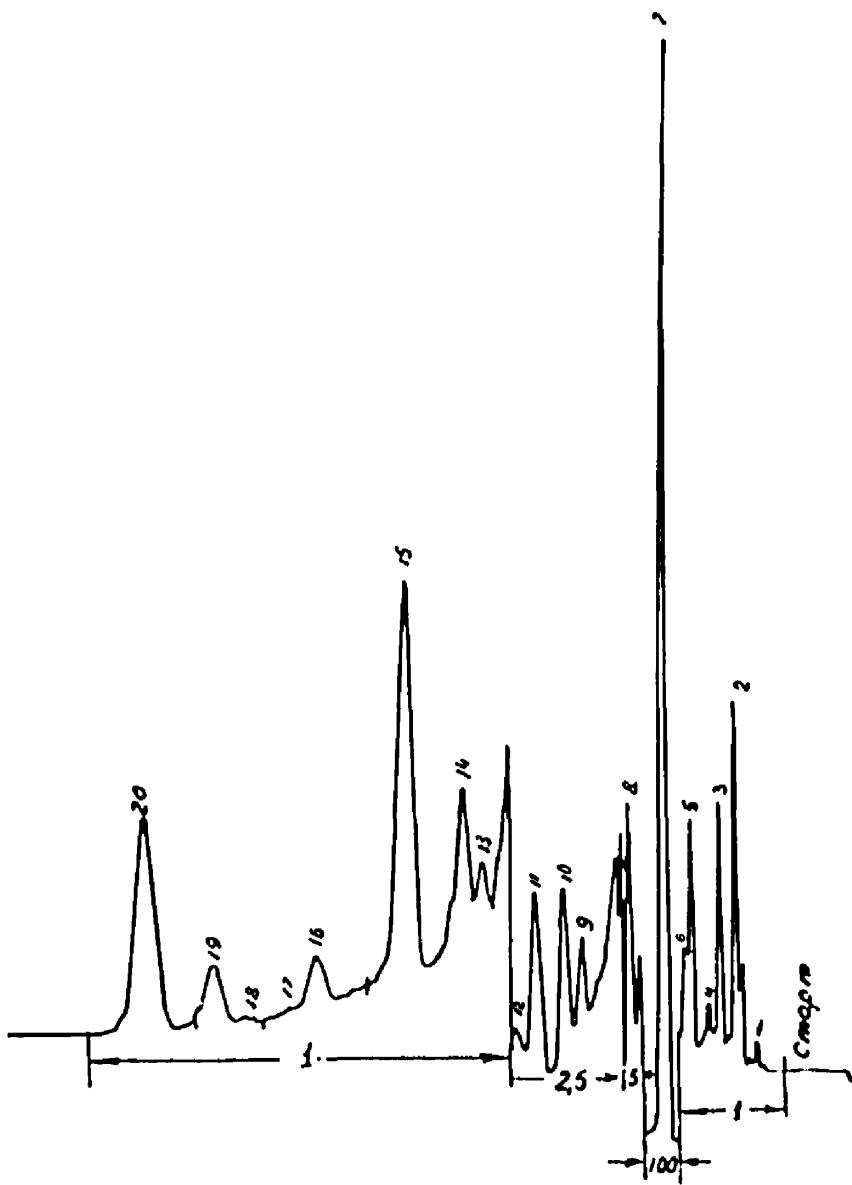
C_2 – концентрация циклогексанола, %, вес;

S_2 – площадь пика циклогексанола, мм^2 .

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

Нагл	Лист	н. документ	Подп. листа	дата	Лист
					8

Лист	Номер	Печать	Номер	Печать



Черт. I. Хроматограмма к п. 4.3.2.2.

ТУ И3-03-358-83

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% карбованца I500.

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

4.3.3.2. Проведение анализа.

Режим работы хроматографа.

Длина колонки, м	2
------------------	---

Диаметр колонки, мм	4
---------------------	---

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

Температура испарителя, $^{\circ}\text{C}$	200
--	-----

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

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

Объемный расход воздуха, $\text{dm}^3/\text{ч}$	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 в пробу

Использовано	в дальнейшем	Подпись	Дата

ТУ ИИЗ-03-358-83

Лист
10

в количестве 0,001 см³ 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.	Ненидентифицированный пик	0,28
4.	Метилизобутилкарбонол	0,35
5.	Ненидентифицированный пик	0,41
6.	Этилцемозоль	0,47
7.	Ненидентифицированный пик	0,78
8.	Циклогексанон	1,00
9.	Циклогексанол	1,4
10.	Ненидентифицированный пик	2,1-2,2
II.	Фенол	3,2 ^{x)}

х) Данные по удерживанию фенола определены при температуре 180 °С. Для этого после выхода пика циклогексанола 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;

Марка	Лист	Номер	Подпись	Дата
Марка	Лист	Номер	Подпись	Дата

ТУ ИЗ-03-358-83

S_k - площадь пика определяемой примеси, мм^2 ;

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

K_k - калибровочный коэффициент определяемой примеси.

Величину калибровочного коэффициента определяют по искусственно составленным смесям по формуле:

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

где

a_k - навеска компонента, г;

$a_{\text{ст}}$ - 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 близлежащих идентифицированных пиков.

Массовую долю циклогексанола (X_1) в весовых процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = 100 - \sum X_k - w$$

где

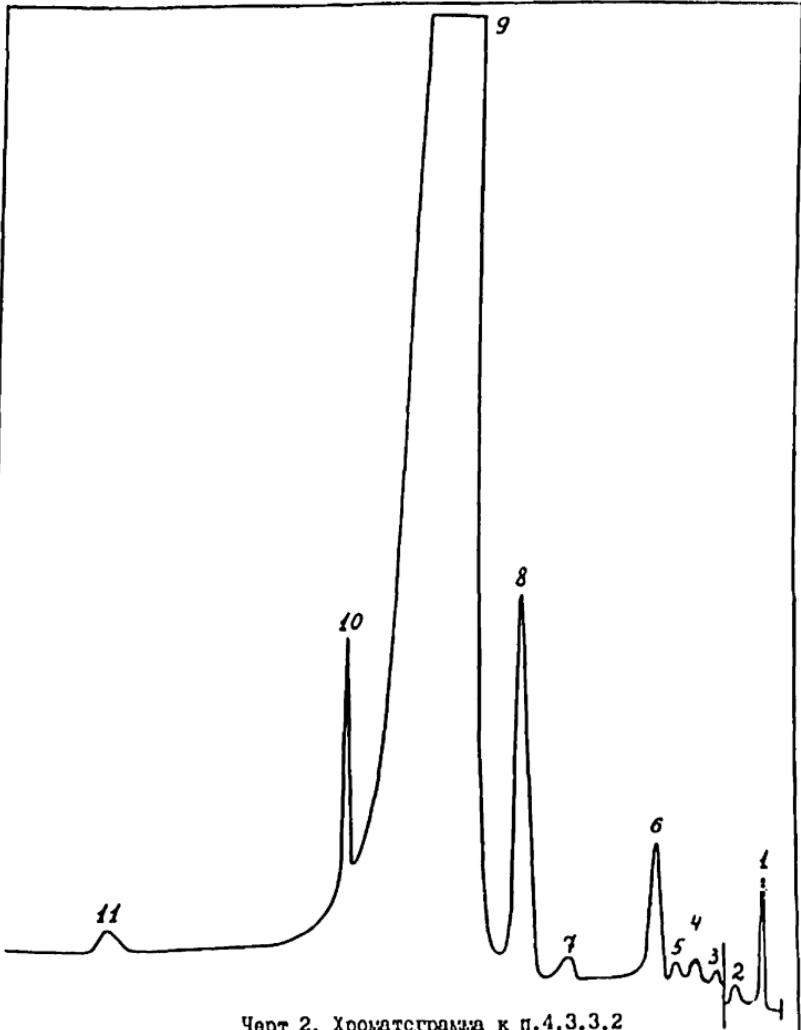
$\sum X_k$ - сумма примесей в циклогексаноле-ректификате, определенная хроматографическим методом, %;

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 $\pm 10\%$ при доверительной вероятности 0,95.

№п/п	Результат и дата	Фото и дата	Фото и дата



Черт 2. Хроматограмма к п.4.3.3.2

I.- циклогексан; 2- изопропилциклогексан; 3- неидентифицированный пик; 4-метилизобутилкарбонол; 5-неидентифицированный пик; 6-этилцеллозоль; 7-неидентифицированный пик; 8-циклогексанон; 9-циклогексанол; 10-неидентифицированный пик; II-фенол.

Исп. №	Раздел	Пометка	Подпись
1147	1	11	11

ТУ И13- 03-358-83

1/2

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 1 год со дня изготовления.

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

Изг. подп.	Регистр. подп.	Регистр. подп.	Регистр. подп.
изд. подп.	н. докум.	подп. дата	

изд. подп.	н. докум.	подп. дата

ТУ II3-03-358-83

14

ПЕРЕЧЕНЬ
документов, на которые даны ссылки в
данных ТУ

Обозначение	Наименование ИТД	Страницы, на которой указана ИТД
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

ТУ 113-03 358-83

Лист
15

Тест Ренкинга и Бакштада

TY II3-03-358-83

16

МИНИСТЕРСТВО ПО ПРОИЗВОДСТВУ МИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

ОКП 24 2353 0100

УДК 661.7.547.594.3

Группа II 2I

Зарегистрировано в МЦ СМ

за №

от " " 1988 г.

СОГЛАСОВАНО

УТВЕРЖДАЮ

ГИЦВЕТМЕТ

Г И А П

Заместитель директора
по НИР

п/сч №
Н 02-19-768 О.К. Соколов

103б | 8б

"22" 03 1988 г.

1988 г.



И.М. Кисиль

ИЗВЕЩЕНИЕ № I

об изменении ТУ II3-03-358-83 "Циклогексанол-ректификат"

Срок введения с 01.01.1989 г.

СОГЛАСОВАНО

РАЗРАБОТАНО

Химико-фармацевтический
комбинат "Акрилон"
Главный инженер

п/сч №
Н 89/33 В.А. Быков

"10" 03 1988 г.

Г И А П

директора ГИАП

М.А. Кидков

1988 г.



Задяновский свинцовый
комбинат

Начальник ТО

п/сч №
Н 17-17/88 Д.И. Фильшин

"21" 03 1988 г.

Заведующий ГИО-4

Лукаш Н.А. Лукашов

1988 г.

Воронежский завод СК

Главный технолог

п/сч №
Н 15/1-1-543 Г.М. Грачев

"20" 07 1988 г.

Заведующий НИО-9

— О.А. Добровольский

1988 г.

Шекинское ПО "Азот"

Главный инженер

п/сч №
Н 01-2383 Б.И. Дурье

"02" 09 1988 г.

303-251
13.10.88

Зарегистрировано

МЦСМ Госстандарта

14066/01 от 22.09.88 19 г.

Изд. № подп. Годность и дата внесения изм.

Продолжение титульного листа
Извещения № 1 об изменениях
ТУ II3-02-358-83

СОГЛАСОВАНО

Северодонецкое ПО "Азот"

Главный инженер

телефон № 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

телефон № 11561 А.Д.Макаров

" 31 " 08 1988г

Лист № подл.	Подпись и дата введен в эксплуатацию

Титульный лист.

Продлить срок действия ТУ ИС-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 $4 \cdot 10^{-6}$ Кл/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 $\pm 0,5\%$.

				Извещение № I об изменении ТУ II3-03-358-83		
Ном. лист	№ докум.	Подпись начальника		Лит.	лист	выстав
Разраб	ГЛОГОДСКИЙ А.В.			A	3	16
Подп.		Циклогексанол-ректификат		ГИАН		
И.каким						
Чтвр.						

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 $1,5 \cdot 10^{-11} A$;

- 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;

Микроприц 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.

Быдкость кремнийорганическая ПМФС-4 по ГОСТ 15886-70.

Хромосорб W, марки AW - ДМС, зернами размером 0,16 - 0,20 мм.

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

Эфир этиловый по ОСТ 84-2006-88.

Ном. № подл	Подл. и дата	Взам. подл. №	Лин. № подл	Подл. и дата

Ном. № подл	№ документа	Подпись	Дата

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

1/см
4

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 хромосора.

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

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-

Подл. и подп.	Подл. и подп.	Подл. и подп.	Подл. и подп.
Имя	Фамилия	№ докум.	Подпись

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

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 удерживания
I.	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.	Циклогексилацетат	1,45
II.	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.	Б-капролактон	5,4
23.	Циклогексилкапроат	7,2
24.	Циклогексилиден-циклогексанон-2	15,2

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

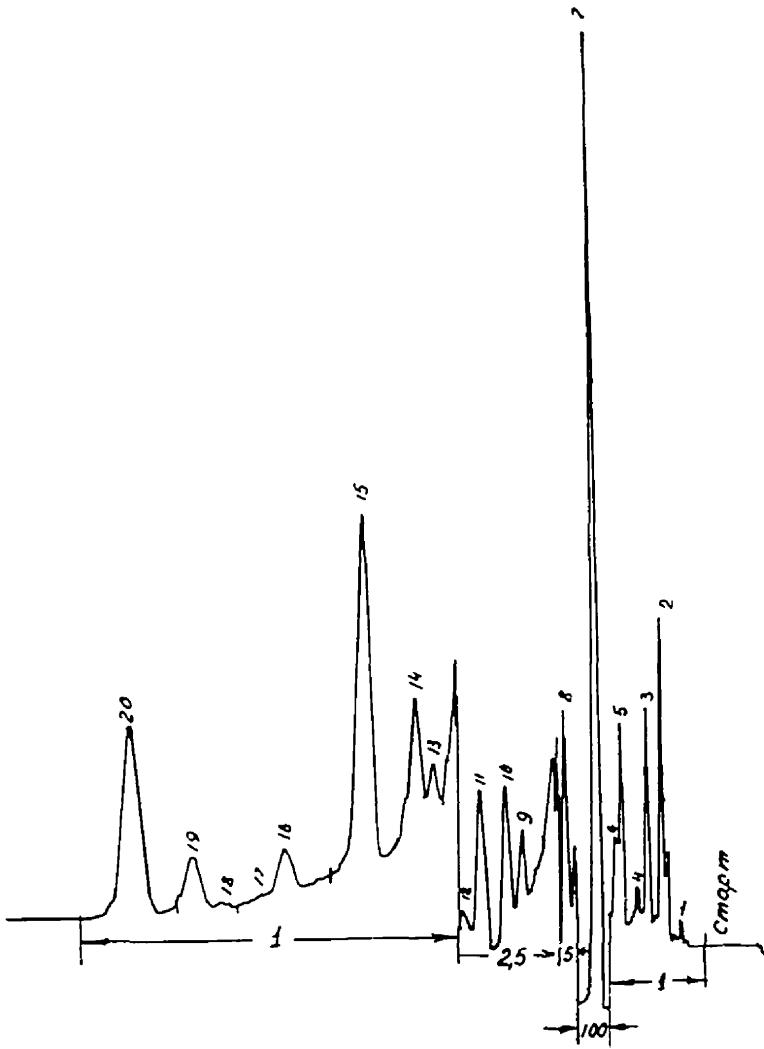
Черт. № подл.	Подл. и дата	Бланк инд. № тит. № блл.
---------------	--------------	--------------------------

Черт. № лист	№ документа	Подпись	Дата
--------------	-------------	---------	------

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

Лист
6

Черт. № подл.	Номер и фамилия	Взам. штаб. №	Лин. №	подл. и дата

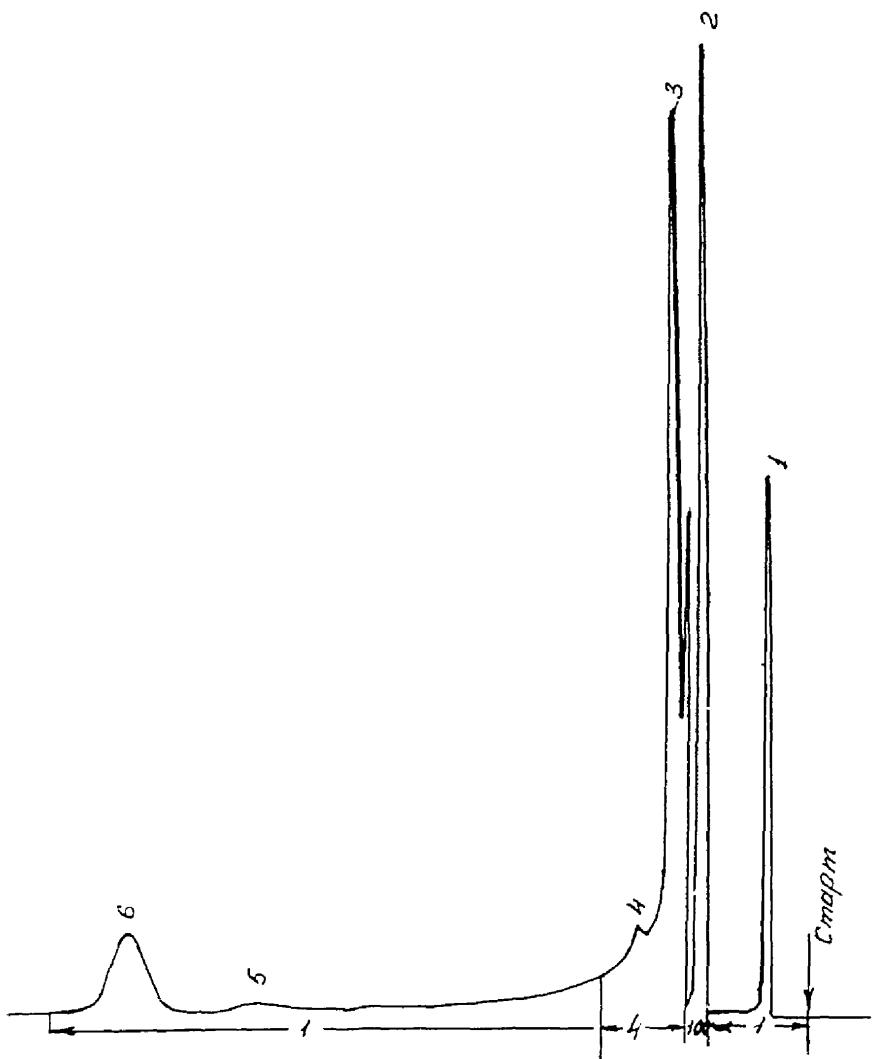


Черт. I. Хроматограмма к таблице 2

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

№ изм.	№ вида	Подпись	дата

7



Черт.2. Хроматограмма к таблице 3

Ном.№ подл.	Ном.№ фланца	Фланц.№	Лин.№	Подл. и фланца

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

Рисунок
8

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, мм^2 ;

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

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

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

Лист	дата
подпись	дата

ЦМ	Лист	№ документа	Подпись	дата
----	------	-------------	---------	------

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

Лист

9

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 сертификате. 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.

№ п/п	Номер	дата	Взам. испб. №	Цикл. №	Файл	дата

Изм. №	Лист	№ документа	Подпись	Фамилия

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

Изменение

10

Хроматограф аналитический, газовый, лабораторный серии "Цвет-ИГ" 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 $1 \cdot 10^{-2} \text{ см}^3$, 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 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.

Шкаф сушильный электрический типа 2В-151 по ТУ 64-1-14II-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, осн, допускается использовать гелий газообразный по ТУ 51-940-80, марка Б.

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

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

Полисорб-І 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.

Наб. № подп.	Подп. и дата	Взам. инв. №	Цинк, № эмб.

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

Лист
11

Ацетон по ГОСТ 2603-79, ч.д.а.
Эфир эталонный по ОСТ 84-2006-88.
Кислота соляная по ГОСТ ЗИ18-77, раствор с массовой долей
36 %.

Стеклоткань по ГОСТ 10727-73.

4.5.3. Условия выполнения измерений

Температура окружающего воздуха от + 10 до 35⁰С.

Напряжение переменного тока, питания 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, питания 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 мас-
сы наполнителя, взвешивают, результаты взвешивания записывают в
граммах с точностью до второго десятичного знака.

ПЭГ₁₀₀₀ растворяют в хлороформе, объем которого должен пре-
вышать 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 хлорофор-
ма. Затем наполнитель досушивают в сушильном шкафу при 60⁰С в те-
чение двух часов.

Хроматографическую колонку последовательно промывают раст-
вором соляной кислоты с объемной долей 20 %, дистиллированной
водой, затем ацетоном и эфиром, сушат в токе сухого инертного га-
за при комнатной температуре.

При заполнении колонок полисорбом I, его вносят небольшими
порциями, уплотняя с помощью вакуумирования и равномерного пос-
тукивания. Концы заполненной колонки заполняют стеклотканью или
стекловолокном.

№п/п	Номер и дата	Фасм. инбр. №	Номер подп. и дата

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

Час.	№ подп.	Подп. и дата	Взам.нч.№	Лин.нч.№	Подп. и дата

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

№еи
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 Синхера (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.

Номер	Номер и дата	Изменение №	Номер, по которому	Подп.	и дата

Номер	Номер и дата	Изменение №	Номер, по которому	Подп.	и дата

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

1/4

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 пакеты и измеряют высоту пика воды линейкой. Рассчитывают среднее значение высоты пика воды ($\bar{h}_{\text{вп}}$) и вычисляют массовую долю воды ($X_{\text{вп}}$) в пробе по формуле:

$$X_{\text{вп}} = K_{\text{H}_2\text{O}} \cdot \bar{h}_{\text{вп}}$$

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 — $m_{\text{H}_2\text{O}}$ (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.

Ном. № подл. и даты	Подл. и даты	Бланк № инв. № образца	Подл. и даты

Час	Мес	Л/ч	Блоки	Подпись	Час

Массовую долю воды в исследуемой пробе циклогексанола вычисляют по формуле:

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

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 воды, добавленной к пробе циклогексанола, г;

$m_{\text{вр}}$ - масса пробы циклогексанола, г.

4.5.6. Ввиду 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.

Нак. № подп.	Подп. и дата	Стам. подп. №	Линк. №	Подп. и дата

Нак. лист	№ блока	Подпись

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

Лист

16

КАТАЛОЖНЫЙ ЛИСТ ПРОДУКЦИИ

Код КСП

01 267

Группа КГС

03 1121

Бизнес-единица
лицензия

03 2406677/01

Код ОКП

11

Наименование продукции по ТУ

12

Описание продукции по ТУ

13

Обозначение ТУ (номер)

14 Т У ИИ3-03-358-83, изменение №2

Номер пакета ТУ

15

Код предпринимательства по ОКПО

16

Наименование предпринимательства

17

Адрес предприятия-изготовителя
(город, пос., улица, дом)

18

Телефон

19

Телефакс

20

Телекс

21

Телетек

22

Наименование серийного выпуска ТУ

23

Адрес серийного выпуска ТУ

24

Дата начала выпуска продукции

25

Дата окончания действия ТУ

26 Снятие ограничения срока действия

Номер сертификата соответствия
(номер лицензии)

27

30. Основные показатели продукции

№	Наименование показателя	Единица измерения	Значение
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			
18			
19			
20			
21			
22			
23			
24			
25			
26			
27			
28			
29			
30			
31			
32			
33			
34			
35			
36			
37			
38			
39			
40			
41			
42			
43			
44			
45			
46			
47			
48			
49			
50			
51			
52			
53			
54			
55			
56			
57			
58			
59			
60			
61			
62			
63			
64			
65			
66			
67			
68			
69			
70			
71			
72			
73			
74			
75			
76			
77			
78			
79			
80			
81			
82			
83			
84			
85			
86			
87			
88			
89			
90			
91			
92			
93			
94			
95			
96			
97			
98			
99			
100			
101			
102			
103			
104			
105			
106			
107			
108			
109			
110			
111			
112			
113			
114			
115			
116			
117			
118			
119			
120			
121			
122			
123			
124			
125			
126			
127			
128			
129			
130			
131			
132			
133			
134			
135			
136			
137			
138			
139			
140			
141			
142			
143			
144			
145			
146			
147			
148			
149			
150			
151			
152			
153			
154			
155			
156			
157			
158			
159			
160			
161			
162			
163			
164			
165			
166			
167			
168			
169			
170			
171			
172			
173			
174			
175			
176			
177			
178			
179			
180			
181			
182			
183			
184			
185			
186			
187			
188			
189			
190			
191			
192			
193			
194			
195			
196			
197			
198			
199			
200			
201			
202			
203			
204			
205			
206			
207			
208			
209			
210			
211			
212			
213			
214			
215			
216			
217			
218			
219			
220			
221			
222			
223			
224			
225			
226			
227			
228			
229			
230			
231			
232			
233			
234			
235			
236			
237			
238			
239			
240			
241			
242			
243			
244			
245			
246			
247			
248			
249			
250			
251			
252			
253			
254			
255			
256			
257			
258			
259			
260			
261			
262			
263			
264			
265			
266			
267			
268			
269			
270			
271			
272			
273			
274			
275			
276			
277			
278			
279			
280			
281			
282			
283			
284			
285			
286			
287			
288			
289			
290			
291			
292			
293			
294			
295			
296			
297			
298			
299			
300			
301			
302			
303			
304			
305			
306			
307			
308			
309			
310			
311			
312			
313			
314			
315			
316			
317			
318			
319			
320			
321			
322			
323			
324			
325			
326			
327			
328			
329			
330			
331			
332			
333			
334			
335			
336			
337			
338			
339			
340			
341			
342			
343			
344			
345			
346			
347			
348			
349			
350			
351			
352			
353			
354			
355			
356			
357			
358			
359			
360			
361			
362			
363			
364			
365			
366			
367			
368			
369			
370			
371			
372			
373			
374			
375			
376			
377			
378			
379			
380			
381			
382			
383			
384			
385			
386			
387			
388			
389			
390			
391			
392			
393			
394			
395			
396			
397			
398			
399			