



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КСИЛОП КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9949—76

Издание официальное

Е

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Редактор *Н. П. Щукина*

Технический редактор *Э. В. Митяй*

Корректор *Г. И. Чукио*

Сдано в наб. 03.11.88. Подп. в печ. 15.02.89. 0,5 усл. п. 0,5 усл. кр. от 0,42 уч. изд. л.
Тираж 7000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 123840, Москва, ГСП,

Новопресненский пер., д. 3

Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39 Зак. 192.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**КСИЛОЛ КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ****Технические условия****ГОСТ****9949-76*****Взамен
ГОСТ 9949-62****ОКП 2111 20 00**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17 февраля 1976 г № 424 срок введения установлен

с 01 01.77

**Проверен в 1986 г Постановлением Госстандарта от 24 11.86 № 3517
срок действия продлен**

до 01 01 92**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольный ксилол смесь трех изомеров ксилона и этилбензола получаемый в процессе перегонки каменноугольного спирта базового и промышленный для использования в качестве растворителя в производстве красок, эмульсий, а также для других целей.

Формула C_8H_{10}

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г) — 106,17

Настоящий стандарт устанавливает требования к каменноугольному ксилолу и готовляемому для нужд народного хозяйства и для экспорта.

Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для первой категории качества.

1 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1а Каменноугольный ксилол должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

(введен дополнительно, Изм. № 2)

1.1 При производстве ксилона из каменного угля ксилол должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1

Издание официальное**Е****Перепечатка воспрещена**

Таблица 1

| Наименование показателя | Норма | | | Метод анализа |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|---------------------------------------------------------|
| | Высший сорт ОКП 24 142 0120 | 1 и сорт ОКП 24 142 0130 | 2 и сорт ОКП 24 14 2 0140 | |
| 1 Внешний вид и цвет | | | | По ГОСТ 2706 1—74 |
| 2 Плотность при 20°C, г/см³ | 0,861—0,866 | 0,860—0,866 | 0,860—0,866 | По ГОСТ 18995 1—73 разд. 1 или по ГОСГ 3900—85, разд. А |
| 3 Массовая доля основного вещества (сумма изомеров ксиола и этилбензола), %, не менее | 97 | 95 | Не определяется | По п. 3.2 |
| в том числе м ксиола | 54 | 52 | То же | По п. 3.2 |
| 4 Пределы перегонки 95% (по объему) от начала кипения перегоняется в интервале температур, °C | 137,5—140,5 | 137—141 | 136—141 | По ГОСТ 2706 13—74 |
| 5 Окраска серной кислоты, номер образцовой шкалы, не более | 0,6 | 0,8 | 2,0 | По ГОСТ 2706 3—74 |
| 6 Реакция водной вытяжки | | Нейтральная | | По ГОСТ 2706 7—74 |

П р и м е ч а н и я

1 Допускается в цистерне с ксиолом слой воды высотой не более 5 мм, определяемый по ГОСТ 2706 9—74.

2 (Изменение, Изм. № 1).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а 1. Каменноугольный ксиол — легковоспламеняющаяся жидкость III разряда.

Температура вспышки — 24°C, температура самовоспламенения — 49°C. Область воспламенения паров — 1,0—6,0% (по объему).

Температурные пределы воспламенения паров: нижний 19,5°C, верхний 54,3°C.

2а 2. Для тушения каменноугольного ксиола используют тонко распыленную воду и пену.

2а 3. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров ксиола в воздухе рабочей зоны — 50 мг/м³.

2а 4 При работе с ксиолом необходимо использовать индивидуальные средства защиты от попадания паров в организм и жидкого продукта на кожу и слизистые оболочки.

Разд. 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки по ГОСТ 5445—79 со следующим дополнением: партией считают каждую цистерну.

2.2. Массовую долю основного вещества и *m*-ксилола определяют только в продукте, предназначенном для нитрации.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Огбор проб — по ГОСТ 5445—79.

Объем средней пробы должен быть не менее 1 дм³.

3.2. Определение массовой доли основного вещества и *m*-ксилола

3.2.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с порогом чувствительности по пропану не ниже $2,5 \cdot 10^{-8}$ мг/с.

Колонка газохроматографическая длиной 5 м, внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц типа «Газохром 101».

Печь муфельная или тигельная, обеспечивающая нагрев до 400°C.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75.

Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706—83.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147—80.

Набор сит «Физприбор».

Колба Кн-1—25—14/23 (19/26) ТС по ГОСТ 25336—82.

Баня водянная.

Носитель твердый: динохром-Н с частицами размером $(0,16 \pm 0,25)$ мм, прокаленный при 300°C в течение 8 ч, или хезасорб.

Фаза неподвижная: бетон-245.

Модификатор фазы: масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164—78.

Бензол по ГОСТ 8448—78.

Газ-носитель: гелий.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Воздух сжатый для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

3.2.2. *Подготовка к анализу*

Наедку готовят следующим образом. Неподвижную фазу (5% от массы твердого носителя) в фарфоровой чашке тщательно смешивают с модификатором фазы (5% от массы твердого носителя) и растворяют в бензole, объем которого в 3 раза превышает массу твердого носителя. В полученный раствор при перемешивании

С. 4 ГОСТ 9949—76

вносят тщательно отсеянный от пыли твердый носитель и выдерживают при комнатной температуре не менее 12 ч, затем — в сушильном шкафу при температуре 140°C в течение 8 ч.

Приготовленной насадкой заполняют колонку, помещают ее в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 40 см³/мин при температуре 140°C до тех пор, пока не установится стабильная нулевая линия при максимальной чувствительности прибора.

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

3.2.3. Проведение анализа

Массовые доли основного вещества и *m*-ксилола определяют методом «внутренней нормализации». Пробу анализируемого продукта вводят в хроматограф микрошприцем.

Анализ каменноугольного ксилола проводят при следующих условиях:

| | |
|--------------------------------------------------------|---------|
| Температура термостата, °C | 75—80 |
| Температура испарителя, °C | 200—250 |
| Скорость газа-носителя, см ³ /мин | 60 |
| Объем пробы, мм ³ | 0,1 |
| Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч | 240 |
| Продолжительность анализа, мин | 40 |
| Длина газохроматографической колонки, м | 5 |
| Внутренний диаметр колонки, мм | 3 |

Относительное время удерживания компонентов указано в табл. 2.

Таблица 2

| Наименование компонента | Относительное время удерживания |
|-------------------------|---------------------------------|
| Толуол | 1,00 |
| Этилбензол | 1,93 |
| <i>n</i> -Ксилол | 2,16 |
| <i>m</i> -Ксилол | 2,35 |
| <i>o</i> -Ксилол | 2,68 |

Типовая хроматограмма каменноугольного ксилола приведена на чертеже.

3.2.4. Обработка результатов

Измеряют площади пиков каждого компонента на хроматограмме.

Площадь пика каждого компонента (S_i) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

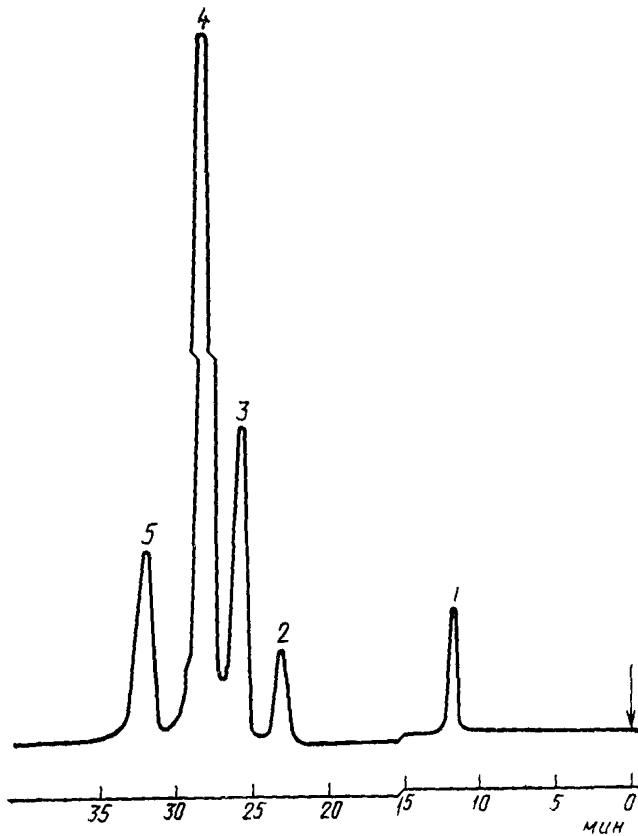
$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot M_i \cdot K_i,$$

где h_i — высота пика, мм;

b_i — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм;

M_i — масштаб записи сигнала пика;
 K_i — градуировочный коэффициент.
 В расчет принимают ширину линии, очерчивающей пик.

Типовая хроматограмма каменноугольного ксиолола



1—толуол, 2—этилбензол, 3—*п*-ксиолол, 4—*м*-ксиолол, 5—*о*-ксиолол

Массовую долю каждого компонента (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot 100}{\sum_{i=1}^n S_i},$$

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2 ;

$\sum_{i=1}^n S_i$ — сумма площадей всех пиков, мм^2 .

Массовую долю основного вещества (X) в процентах вычисляют как сумму массовых долей изомеров ксиолола и этилбензола.

С. 6 ГОСТ 9949—76

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1,3% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Каменноугольный ксилол транспортируют в железнодорожных цистернах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на железнодорожном транспорте.

Степень (уровень) заполнения цистерны рассчитывают с учетом полного использования вместимости (грузоподъемности) и объемного расширения продукта при возможном перенаде температур в пути следования.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. (Исключен, Изм. № 2).

4.3. При поставке ксилола на экспорт маркировка и упаковка должны соответствовать требованиям заказа-наряда внешнеторгового объединения.

4.3а. Ксилол в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—88 относится к классу 3, подклассу 3.3, категории 5.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4.4. (Исключен, Изм. № 1).

4.5. Ксилол хранят в стальных резервуарах, снабженных воздушками, оборудованными предохранительными сетками или огнепреградителями, и размещенных в специально оборудованном открытом складе или в складском помещении.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества каменноугольного ксилола требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения ксилола со дня изготовления в месяцах:

для высшего сорта — 6,

для 1-го сорта — 3,

для 2-го сорта — 2.

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 6. (Исключен, Изм. № 2),

Изменение № 3 ГОСТ 9949—76 Ксиол каменноугольный Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 06.06.91 № 828

Дата введения 01.01.92

Вводная часть Третий абзац Заменить атч 1971 на 1985 исключить сюда «Показатели технического уровня установленные настоящим стандартом предусмотрены для первой категории качества»

Пункт 11 Таблица 1 Графа «Норма» Показатель 1 Заменить значение 1 л на 1 дм³ графа «Метод антиса» Заменить слова «ГОСТ 3900—85 разд А» на «ГОСТ 3900—85 разд 1 и пп 33 настоящего стандарта»

Пункт 2а1 Первый абзац Исключить слова «III разряда»
второй абзац Заменить слова «Область воспламенения паров» на «Концентрационные пределы распространения пламени (вспламенения)»
дополнить словами «Показатели пожаровзрывоопасности определяются по ГОСТ 121044—89»

Пункт 2а3 дополнить словами «III класс опасности по ГОСТ 121005—88»

Пункт 3.2 дополнить словами «Метод позволяет определять массовую долю основного вещества от 70 до 100 % и массовую долю ксиола от 40 до 60 %»

Пункт 3.21 Пятый абзац изложить в новой редакции «Интегратор электронный или линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75»

Пункт 3.22 Первый абзац Заменить слова «в фарфоровой» на «в выпарительной»

(Продолжение см. с 130)

(Продолжение извещения к ГОСТ 9949-76

Пункт 3.2.3 Второй абзац Исключить слова «Длина газохроматографической колонки и 5 Внутренний диаметр колонки мм 3»

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.3 «3.3 При определении плотности ксиола по ГОСТ 3900—85 для пересчета плотности при температуре испытания в плотность при 20 °С следует пользоваться формулой

$$\rho_4^{20} = \rho_4^t + v(t - 20),$$

где ρ_4' — плотность ксиола при температуре испытания t , см³,

v — температурная поправка к плотности которая для ксиола равна 0,00086 1, см³ на 1 °С,

t — температура испытания °С»

Пункт 4.1 Первый абзац изложить в новой редакции «Каменноугольный ксиол транспортируют в железнодорожных цистернах предназначенный для экспорта — в железнодорожных цистернах или стальных бочках по ГОСТ 13950—84 типа I вместимостью 200 дм³ в крытых вагонах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на железнодорожном транспорте»

Пункты 4.3, 4.3а изложить в новой редакции «4.3 Упаковывание и маркирование ксиола для экспорта производятся в соответствии с договором между предприятием и внешнеэкономической организацией

4.3а Маркировку, характеризующую транспортную опасность груза, и знак опасности наносят в соответствии с ГОСТ 19433—88 (класс 3 подкласс 3.3 классификационный шифр 3313, серийный номер ООН 1307)»

(ИУС № 9 1991 г.)