

11314-82



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**КСИЛЕНОЛЫ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ
ТЕХНИЧЕСКИЕ**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 11314-82

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. С. Васильев, В. М. Зайченко, Л. М. Харькина, В. И. Шустиков,
Н. М. Марченко, А. С. Непомящая, В. Н. Кобыльченко

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Зам. министра С. В. Колпаков

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 ноября 1982 г. № 4386

КСИЛЕНОЛЫ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ
ТЕХНИЧЕСКИЕГОСТ
11314—82

Технические условия

Technical coal xylenols. Specifications

Взамен
ГОСТ 11314—74

ОКП 24 2426

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 ноября 1982 г. № 4386 срок действия установлен

с 01.01.84

до 01.01.89

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технические каменноугольные ксилолы, представляющие собой смесь высших гомологов фенола, выделяемые в процессе ректификации сырых каменноугольных фенолов.

Технические каменноугольные ксилолы предназначены для использования в качестве сырья для получения огнестойкого турбинного масла, лаков, пластмасс, присадок, пестицидов и других целей.

1. МАРКИ И ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Технические каменноугольные ксилолы должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. В зависимости от массовой доли индивидуальных изомеров технические каменноугольные ксилолы выпускают марок А, Б и В.

1.3. По физико-химическим показателям технические каменноугольные ксиленолы должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для марки			Метод анализа
	А ОКП 24 2426 0130 03	Б ОКП 24 2426 0140 01	В ОКП 24 2426 0150 10	
1. Внешний вид	Прозрачная жидкость	Прозрачная жидкость или жидкость с наличием взвешенных кристаллов	Прозрачная жидкость	Визуально
2. Массовая доля, %: 2,4-ксиленола, не менее 3,5-ксиленола	40 Не нормируется	Не нормируется 65—75	Не менее 30	По ГОСТ 20843—75
3. Фракционный состав, % (по объему): до 210°C, не более до 220°C, не более до 225°C, не менее до 230°C, не менее	Не нормируется То же » »	Не нормируется 5 95 Не нормируется	20 Не нормируется То же 95	По ГОСТ 18995.7—73, разд. 2
4. Температура кристаллизации, °C, не выше	»	52	Не нормируется	По ГОСТ 18995.5—73 и п. 4.2 настоящего стандарта
5. Массовая доля воды, %, не более	0,50	0,30	1,00	По ГОСТ 2477—65 и п. 4.3 настоящего стандарта
6. Массовая доля оснований, %, не более	0,5	0,5	0,5	По п. 4.4 По ГОСТ 11239—76
7. Массовая доля нейтральных масел, %, не более	0,5	0,5	0,5	

Примечание. Норма по показателю подпункта 2 таблицы для ксиленолов марки В, предназначенных для лакокрасочной промышленности, должна быть не менее 38%, а для производства ксилонафта показатель не нормируют.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Технические каменноугольные ксиленолы представляют собой маслянистую прозрачную жидкость или жидкость с наличием взвешенных кристаллов от светло-желтого до темно-коричневого цвета с характерным запахом фенолов.

Продукт состоит из смеси изомеров ксиленолов и некоторого количества крезолов и фенола.

Ксиленолы мало растворимы в воде, растворяются в водных растворах щелочей с образованием солей, на воздухе медленно окисляются.

Ксиленолы являются токсичным веществом и по степени опасности относятся ко 2-му классу (ГОСТ 12.1.007—76). Продукты окисления менее токсичны.

2.2. Предельно допустимые концентрации (ПДК) в воздухе рабочей зоны паров компонентов, входящих в состав ксиленолов, по ГОСТ 12.1.005—76 составляют: фенола — 0,3 мг/м³, крезолов — 0,5 мг/м³, ксиленолов — 2 мг/м³.

Эти компоненты имеют однонаправленное действие: Концентрация их в воздухе рабочей зоны производственных помещений не должна превышать значений, при которых соблюдается условие:

$$\frac{C_1}{\text{ПДК}_1} + \frac{C_2}{\text{ПДК}_2} + \frac{C_3}{\text{ПДК}_3} \leq 1,$$

где C_1 , C_2 и C_3 — фактические концентрации, мг/м³, а ПДК_1 , ПДК_2 и ПДК_3 — соответственно фенола, крезолов и ксиленолов.

Контроль за концентрацией вредных веществ в воздухе рабочей зоны производственных помещений производится по методикам, разработанным в соответствии с ГОСТ 12.1.005—76, ГОСТ 12.1.007—76 и методическими указаниями № 1401—76, утвержденным заместителем Главного государственного санитарного врача СССР.

2.3. При превышении ПДК компонентов и нарушении условия, указанного в п. 2.2, пары компонентов оказывают раздражающее действие на слизистые оболочки глаз и дыхательных путей, действуют наркотически, вызывают дистрофические и воспалительные изменения в печени, почках, миокарде, легких.

Острые отравления возможны при попадании ксиленолов на кожу. На кожу ксиленолы действуют прижигающе, проникают через кожу, оказывают насыщающее действие.

Симптомы отравления: вялость, неподвижность мышц, учащенное дыхание.

2.4. При попадании ксиленолов на кожу пораженные места обрабатывают 10—40%-ным этиловым спиртом или растительным маслом и обмывают теплой водой с мылом.

При попадании ксиленолов на одежду ее необходимо снять.

При отравлении парами пострадавшего следует немедленно доставить в медпункт.

2.5. При производстве ксиленолов и работе с ними должны соблюдаться требования ГОСТ 12.1.007—76 и правил безопасности в коксохимической промышленности, утвержденных в установленном порядке.

2.6. Сброс ксиленолов при авариях, а также при ремонтах и ревизиях аппаратуры должен производиться в резервные емкости.

При разливе ксиленолов место разлива засыпают песком или опилками. Убирают разлитый продукт с использованием средств защиты, указанных в п. 2.9. Способ уничтожения — сжигание путем добавления в жидкие горючие смеси.

2.7. Ксиленолы относятся к группе горючих жидкостей.

Температура вспышки 94°C,

температура самовоспламенения 506°C,

температурные пределы воспламенения: нижний 97°C, верхний 132°C.

Область воспламенения паров при контакте с воздухом 0,3—2,4% (по объему).

При загорании ксиленолы тушат тонкораспыленной водой, омыленной химической пеной, воздушно-механической пеной на основе ПО-11.

2.8. Помещения, в которых проводят работы с ксиленолами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающей концентрацию вредных веществ не выше предельно допустимых при соблюдении условия, указанного в п. 2.2.

Оборудование и коммуникации производственных процессов должны быть герметичными.

В помещениях должна быть вода (питьевая и техническая), аптечка с медикаментами для оказания первой помощи и необходимый противопожарный инвентарь.

2.9. Все работы с ксиленолами следует проводить, пользуясь индивидуальными средствами защиты от вдыхания паров, попадания веществ на кожу и слизистые оболочки глаз и дыхательных путей (специальную одежду и обувь, рукавицы, защитные очки марки ПО-3, фильтрующие противогазовые и универсальные СИЗОД типов ФГ-13, ФГ-31, ФУ-13 и ФУ-31 по ГОСТ 12.4.034—78).

2.10. При работе с ксиленолами необходимо соблюдать требования личной гигиены.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 5445—79, при этом каждую цистерну ксиленолов считают партией.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Методы отбора проб — по ГОСТ 5445—79, при этом масса средней лабораторной пробы должна быть не менее 1 кг.

Пробу необходимо хранить в склянке из темного стекла с притертой или плотно подогнанной корковой пробкой.

4.2. Температуру кристаллизации определяют по ГОСТ 18995.5—73, при этом ксилолы марки Б перед анализом обезвоживают.

Для этого 20—25 г продукта помещают в круглодонную или плоскодонную колбу по ГОСТ 10394—72, вместимостью 50 см³, с припаянным или пришлифованным воздушным холодильником длиной 25—30 см, диаметром 1,0—1,5 см и кипятят до тех пор, пока на внутренней стенке холодильника перестанет конденсироваться вода. Затем холодильник закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой и содержимое колбы охлаждают до 40—50°C.

4.3. Массовую долю воды определяют по ГОСТ 2477—65, при этом в качестве растворителя можно применять каменноугольный ксилол по ГОСТ 9949—76 или нефтяной ксилол по ГОСТ 9410—78.

4.4. Определение массовой доли оснований
4.4.1. Сущность метода заключается в титровании анализируемого продукта 0,1 н. раствором хлорной кислоты и определении точки эквивалентности по изменению удельной электропроводности титруемого раствора. Зависимость удельной электропроводности раствора от объема добавленного титранта изображают графически. Изгиб кривой соответствует точке эквивалентности.

4.4.2. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Титратор высокочастотный типа ОК-302 или аналогичного типа.

Колба мерная 1—1000—2 ГОСТ 1770—74.

Стаканы ВП-100-ТС ГОСТ 10394—72.

Бюретка 1—1—10—0,05 ГОСТ 20292—74.

Метилвиолет кристаллический (индикатор).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная х.ч.

Пиридин по ГОСТ 13647—78, свежеперегнанный.

Кислота хлорная, 70%-ный и 0,1 н. растворы в уксусной кислоте.

4.4.3. *Подготовка к анализу*

Готовят 0,1 н. раствор хлорной кислоты: 8,4 см³ 70%-ной хлорной кислоты наливают в мерную колбу, содержащую около 900 см³ ледяной уксусной кислоты, тщательно перемешивают, доводят объем раствора до метки уксусной кислотой и снова тщательно перемешивают.

Титр полученного 0,1 н. раствора хлорной кислоты определяют по пиридину. Для этого в стакан для титрования с 20—40 см³ уксусной кислоты приливают из капельницы около 0,1 г пиридина. Массу навески пиридина определяют с погрешностью не более 0,0005 г по массе вылитого из капельницы пиридина. Стакан с приготовленным раствором пиридина устанавливают в адаптер титратора и доливают в стакан уксусную кислоту до верхнего края адаптера.

Вывод титратора на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору. Затем из бюретки в стакан для титрования приливают 1 см^3 0,1 н. раствора хлорной кислоты и через 1 мин записывают показания прибора. Операцию проводят до получения двух-трех значений после эквивалентной точки.

По данным титрования строят график зависимости электропроводности (мА) от объема введенного 0,1 н. раствора хлорной кислоты (см^3).

За объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованной на титрование навески пиридина, принимают объем, соответствующий точке изгиба кривой графика.

Титр хлорной кислоты (T) в граммах пиридина на 1 см^3 0,1 н. раствора хлорной кислоты вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески пиридина, г;

V — объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование пиридина, см^3 .

За титр 0,1 н. раствора хлорной кислоты принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать $0,001 \text{ г/см}^3$.

При изменении цвета раствора хлорной кислоты необходимо его заменить новым.

4.4.4. Проведение анализа

Массу навески ксиленолов берут в зависимости от предполагаемой массовой доли оснований. При массовой доле оснований до 0,1 % включительно масса навески должна быть $(10 \pm 1) \text{ г}$, а при массовой доле оснований более 0,1 % — $(5 \pm 1) \text{ г}$.

В предварительно взвешенный чистый сухой стакан для титрования в зависимости от предполагаемой массовой доли оснований пипеткой наливают 10 или 5 см^3 анализируемых ксиленолов, закрывают стакан пластинкой и взвешивают. Массу навески определяют по разности. Взвешивания проводят с погрешностью не более 0,01 г.

Стакан с пробой устанавливают в адаптер титратора и наливают в стакан уксусную кислоту до верхнего края адаптера. Далее анализ проводят по п. 4.4.3.

За объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование пробы ксиленолов, принимают объем, соответствующий точке изгиба кривой графика.

4.4.5. Обработка результатов

Массовую долю оснований (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,1 н. раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование навески ксиленолов, см³;

T — титр 0,1 н. раствора хлорной кислоты, г/см³;

m — масса навески ксиленолов, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,05%.

4.4.6. Допускается массовую долю оснований определять визуально. При этом навеску (пиридина и ксиленолов), растворенную в 20—50 см³ ледяной уксусной кислоты, титруют 0,1 н. раствором хлорной кислоты в присутствии двух-четырех кристаллов индикатора метилвиолета до перехода окраски раствора от фиолетовой до светло-синей. Обработка результатов — по формулам, указанным выше.

4.4.7. При возникновении разногласий в оценке массовой доли оснований определение проводят с применением титратора.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Технические каменноугольные ксиленолы наливают в стальные бочки по ГОСТ 13950—76.

Степень заполнения бочек продуктом 95%.

5.2. Стальные бочки маркируют в соответствии с требованиями ГОСТ 14192—77 с указанием следующих надписей:
наименования предприятия-изготовителя и его товарного знака;

наименования продукта, его марки;

номера партии;

массы брутто и нетто;

даты изготовления;

знака опасности по ГОСТ 19433—81;

обозначения настоящего стандарта.

5.3. В соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433—81 ксиленолы относят к классу 6, подклассу 6.2.

5.4. Бочки с каменноугольными ксиленолами транспортируют железнодорожным и автомобильным транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.5. При отправке грузов пакетами необходимо соблюдать требования ГОСТ 21929—76 и ГОСТ 21650—76.

5.6. Каменноугольные ксиленолы транспортируют в железнодорожных цистернах с нижним сливом (модель 15—898) в соответствии с правилами перевозок жидких грузов наливом в вагонах-цистернах.

Ксиленолы марки Б перевозят в цистернах с приспособлением для разогрева, принадлежащим грузоотправителю или грузополучателю.

Степень заполнения цистерн 95%.

На цистерну наносят знак опасности по ГОСТ 19433—81.

5.7. Бочки с ксиленолами хранят в крытых складах или под навесом.

Ксиленолы, поставляемые в цистернах, хранят в стальных резервуарах, предназначенных для хранения только этого продукта, предохраняющих продукт от попадания атмосферных осадков и пыли.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества продукта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения каменноугольных ксиленолов — 1 год со дня изготовления.

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *М. С. Кабацова*

Слэмо в каб. 06.12.82 Подл. к печ. 11.01.82 0,75 в. л. 0,55 уч.-кзд. л Тир. 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1311