



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КСИЛОЛ КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 9949—76

Издание официальное

Е

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Редактор *Н П Шукина*
Технически редактор *Э В. Митяй*
Корректор *Г И Чижко*

Сдано в наб 03.11.88 Подп в печ 15.02.89 0,5 усл п 0,5 усл кр оит 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.

КСИЛОЛ КАМЕННОУГОЛЬНЫЙ

Технические условия

ГОСТ

9949-76*

Взамен
ГОСТ 9949-62

ОКП 21 11 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 ксилола и этилбензола, получаемый в процессе перегонки каменноугольного сырья осигован и предназначен для использования в качестве растворителя в производстве лаков, красок, эмалей и т.д., 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 готовяемому 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)

1.1б Продукция, соответствующая требованиям и нормам, указанным в таблице 1

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Е

Таблица 1

Наименование показателя	Норма			Метод анализа
	Высший сорт ОКП 24 14.2 0120	1 и сорт ОКП 24 14.2 0130	2 и сорт ОКП 24 14.2 0140	
1 Внешний вид и цвет	Прозрачная жидкость, не содержащая взвешенных частиц, в том числе и капелек воды не темнее цвета раствора 0,003 г $K_2Cr_2O_7$ в 1 л воды			По ГОСТ 2706 1—74
2 Плотность при 20°C, г/см ³	0,861—0,866	0,860—0,860	0,860—0,866	По ГОСТ 18995 1—73
3 Массовая доля основного вещества (сумма изомеров ксилола и этилбензола), %, не менее	97	95	Не определяется	разд 1 или по ГОСТ 3900—85, разд А По п 3 2
в том числе м ксилола	54	52	То же	По п 3 2
4 Пределы перегонки 95% (по объему) от начала кипения перегоняется в интервале температур, °С	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

Примечания

1 Допускается в пистерне с ксилолом слон воды высотой не более 5 мм, определяемый по ГОСТ 2706 9—74

2 (Исключен, Изм. № 1).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2а 1. Каменноугольный ксилол — 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 ксилола используют тонко распыленную воду и пену.

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

2а 4. При работе с ксилолом 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 м-ксилола определяют только в продукте, предназначенном для нитрации.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб — по ГОСТ 5445—79.

Объем средней пробы должен быть не менее 1 дм³.

3.2. Определение массовой доли основного вещества и м-ксилола

3.2.1. *Аппаратура, посуда и реактивы*

Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с порогом чувствительности по пропану не ниже $2,5 \cdot 10^{-3}$ 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 водяная.

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*

Насадку 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 бензоле, объем которого в 3 раза превышает массу твердого носителя. В полученный раствор при перемешивании

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, °С	75—80
Температура испарителя, °С	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

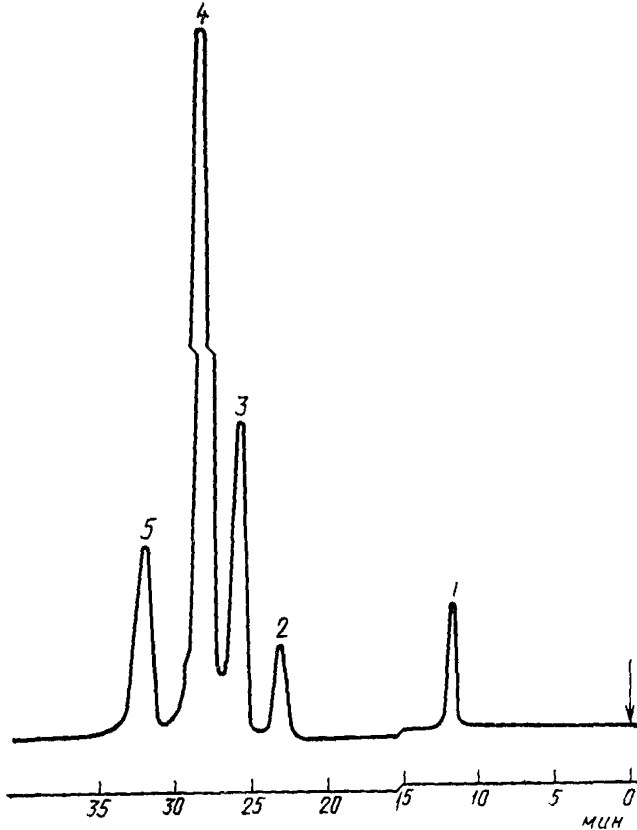
$$S_i = h_i \cdot b_i \cdot M_i \cdot K_i,$$

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 ксилола



1—толуол, 2—этилбензол, 3—*p*-ксилол, 4—*m*-ксилол, 5—*o*-ксилол

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, мм²;

$\sum_{i=1}^n S_i$ — сумма площадей всех пиков, мм².

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

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. Камешноугольный 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 перепаде 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 воздушными, 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 Ксилитол 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 дату 1971 на 1985 исключить слова «Показатели технического уровня установленные настоящим стандартом предусмотрены для первой категории качества»

Пункт 1.1 Таблица 1 Графа «Норма» Показатель 1 Заменить значение 1 л на 1 дм³ графа «Метод анализа» Заменить слова «ГОСТ 3900—85 разд А» на «ГОСТ 3900—85 разд 1 и пункт 3.3 настоящего стандарта»

Пункт 2а.1 Первый абзац Исключить слова «III разряда»

второй абзац Заменить слова «Область воспламенения паров» на «Концентрационные пределы распространения пламени (воспламенения)»

дополнить словами «Показатели пожаровзрывоопасности определяются по ГОСТ 121044—89»

Пункт 2а.3 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 окиси углерода от 40 до 60 %»

Пункт 3.2.1 Пятый абзац изложить в новой редакции «Интегратор электронный или линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427—75»

Пункт 3.2.2 Первый абзац Заменить слова «в фарфоровой» на «в выпарительной»

(Продолжение см с 130)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9949-76)

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

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

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

где ρ_4^t — плотность ксилола при температуре испытания $t, \text{см}^3$,

v — температурная поправка к плотности, которая для ксилола равна $0,00086 \text{ г/см}^3$ на $1 \text{ }^\circ\text{C}$,

t — температура испытания $^\circ\text{C}$ »

Пункт 4.1. Первый абзац изложить в новой редакции «Каменноугольный ксилол транспортируют в железнодорожных цистернах, предназначенный для экспорта — в железнодорожных цистернах или стальных бочках по ГОСТ 13950-84 типа I вместимостью 200 дм^3 в крытых вагонах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на железнодорожном транспорте»

Пункты 4.3, 4.3а изложить в новой редакции «4.3 Упаковка и маркирование ксилола для экспорта производится 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.)