

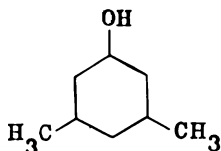
PRODUKTY WĘGLOPOCHODNE	NORMA BRANŻOWA	BN-66
	1,3,5-Ksylenol	0517-04
		Grupa katalogowa X 32

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest 1,3,5-ksylenol otrzymywany z frakcji ksylenolowej uzyskiwanej ze smoły surowej lub z fenolanów uzyskiwanych z wód ściekowych. 1,3,5-Ksylenol ma:

a) wzór sumaryczny $C_8H_{10}O$

b) wzór strukturalny



c) ciężar cząsteczkowy 122,16 (1955 r.)

d) nazwa systematyczna: 3,5-dwumetylofenol.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. 1,3,5-Ksylenol stosuje się głównie do produkcji tworzyw sztucznych, środków owadobójczych, dezynfekcyjnych, klejów syntetycznych oraz jako odczynnik.

1.3. Normy związane

- PN/C-04514 Oznaczanie temperatury krzepnięcia substancji organicznych
 PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
 PN-64/C-97054 Produkty węglowodorkowe. Destylacja normalna metodą Kramera-Spilkera
 PN-67/C-97080 Produkty węglowodorkowe. Oznaczanie zawartości olejów obojętnych i zasad pirydynowych
 PN-60/N-79002 Znaki i znakowanie opakowań transportowych

2. OZNACZENIE

1,3,5-KSYLENOL BN-66/0517-04

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. 1,3,5-Ksylenol powinien mieć postać bezbarwnych igieł, trudno rozpuszczalnych w wodzie, łatwo rozpuszczalnych w benzenie, alkoholu etylowym i eterze.

Zakłady Kokschemiczne „Hajduki”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 6 lipca 1966 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 maja 1967 r.

(Mon. Pol. nr 56/1966 poz. 275)

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania		Sposób pobierania próbek wg	Metody badań wg
a) Temperatura krzepnięcia, °C, nie niżej niż	61	PN/C-80047	PN/C-04514
b) Destylacja normalna:			PN-64/C-97054
- temperatura początku destylacji, °C, nie niżej niż	218		
- co najmniej 95% przedestyluje do temperatury, °C	222		
c) Pozostałość po odparowaniu, %, nie więcej niż	0,02		
d) Olejów obojętnych, %, nie więcej niż	0,2		PN-67/C-97080
e) Zasad pirydynowych, %, nie więcej niż	0,1		PN-66/C-97080

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Pakowanie. 1,3,5-Ksyleneol należy dostarczać w czystych i suchych słojach szklanych lub blaszankach ocynkowanych szczelnie zamkniętych. Wielkość opakowań szklanych 250, 500, 750, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania. Znakowanie opakowań należy wykonać zgodnie z PN-60/N-79002, umieszczając na opakowaniu co najmniej:

- nazwę lub znak zakładu produkcyjnego,
- oznaczenie wg rozdz. 2,
- numer partii,
- wagę brutto i netto,
- znaki ostrzegawcze wg PN-60/N-79002 p. 2.3.3 i 2.3.5.

4.2. Przechowywanie. 1,3,5-Ksyleneol należy przechowywać w zamkniętych zbiornikach stalowych ocynkowanych, zaopatrzonych w węzownice grzewcze, lub w ocynkowanych blaszankach, a także słojach szklanych.

4.3. Transport. 1,3,5-Ksyleneol należy transportować krytymi wagonami kolejowymi lub samochodami ciężarowymi.

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej należy wykonać wg PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej z każdej partii produktu powinna wynosić około 500 g.

5.2. Wielkość partii. Partię stanowi około 30 kg 1,3,5-ksylenolu.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie temperatury krzepnięcia 1,3,5-ksylenolu należy wykonać wg PN/C-04514 z następującymi zmianami:

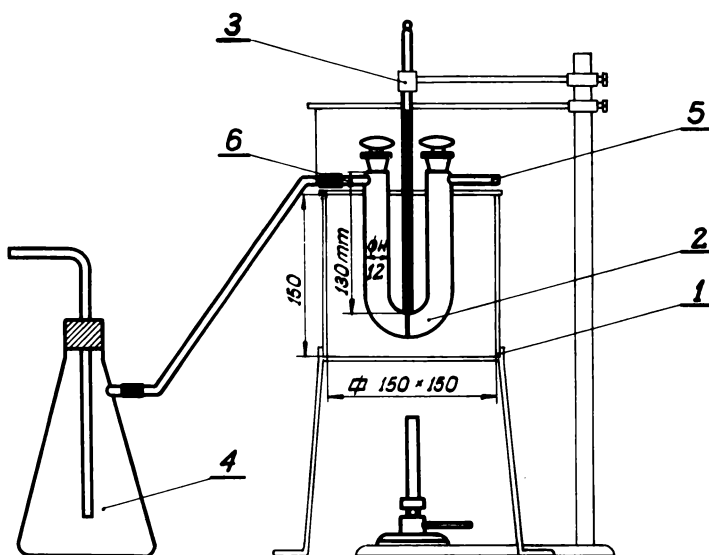
- używając termometru rtęciowego C o działce elementarnej co $0,1^{\circ}\text{C}$,
- suszac próbkę w trakcie oznaczania przez dodatek gipsu odwodnionego przygotowanego wg poz. c), który dodać w ilości 8 g po wprowadzeniu próbki do aparatu,
- przygotowanie gipsu do osuszania próbki: do płaskiego porcelanowego naczynia wsypać warstwę bezwodnego gipsu o wysokości $10 \div 15$ mm, całość wstawić do suszarki nagrzejanej do temperatury 160°C . W tej temperaturze suszyć gips przez 2 godz, a po wysuszeniu należy go ochronić przed dostępem wilgoci.

5.3.1.1. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o $0,2^{\circ}\text{C}$.

5.3.2. Destylacja normalna. Destylację normalną należy wykonać zgodnie z PN-64/C-97054 doprowadzając uprzednio próbkę do stanu ciekłego na łaźni wodnej.

5.3.3. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu

5.3.3.1. Aparatura i przyrządy. Zestaw - wg rysunku.



0517-04

a) U-rurka 2 o wymiarach: długość ramienia 130 mm, średnica wewnętrzna 12 mm, wyposażona w dwa korki szklane ze szlifem i w boczne odprowadzenia 5, 6 umieszczone poniżej korków (korków nie należy smarować),

b) Łaźnia powietrzna 1 miedziana o wymiarach 150 × 150 mm.

c) Termometr 3 z podziałką 0 ÷ 200°C o działce elementarnej co 1°C.

d) Kolba ssawkowa zabezpieczająca 4.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Pustą U-rurkę umieścić w łaźni powietrznej. Ogrzać do temperatury 150 ± 5°C przepuszczając niewielki strumień powietrza. Następnie U-rurkę oziębic zabezpieczając przed zawilgoceniem przy pomocy rurki wypełnionej bezwodnym chlorkiem wapniowym, umieszczonej przy wlocie powietrza na odprowadzeniu 5. Wylot powietrza 6 należy zamknąć przez podłączenie suchej ślepej rurki.

Po ostudzeniu zważyć U-rurkę bez ślepej rurki i rurki z chlorkiem wapniowym z dokładnością do 0,0002 g. Następnie wprowadzić do U-rurki badaną próbkę w ilości około 10 g i zważyć ją ponownie z dokładnością do 0,0002 g, po czym wprowadzić do łaźni powietrznej zaopatrzonej w termometr wg 5.3.3.1 c) z tym, że zbiorniczek z rtęcią powinien być umieszczony na wysokości dolnej części U-rurki.

Odprowadzenie boczne 6 połączyć poprzez kolbę zabezpieczającą z pompą ssącą, a następnie przepuścić niewielki strumień powietrza przez U-rurkę. Łaźnię powietrzną należy ogrzewać do temperatury 150 ± 5°C aż do momentu całkowitego odparowania. U-rurkę ostudzić zabezpieczając ją przed zawilgoceniem, po czym zważyć bez ślepej rurki i rurki z chlorkiem wapniowym.

Odparowanie powtarzać aż do uzyskania stałej masy.

5.3.3.3. Sposób obliczania wyniku. Zawartość pozostałości po odparowaniu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

m_1 - odważka badanej próbki, g,

m - masa pozostałości po odparowaniu, g.

5.3.4. Oznaczanie zawartości olejów obojętnych i zasad pirydynowych należy wykonać wg PN-67/C-97080.

K O N I E C