

PRODUKTY CHEMICZNE	NORMA BRANŻOWA	BN-68
	Odczynniki Ksylen	6191-83
		Grupa katalogowa X 52

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest ksylen, mieszanina trzech izomerycznych dwumetylobenzonów: orto-, meta- i paraksyleny, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Ksylen ma:

- a) wzór sumaryczny: $C_6H_4(CH_3)_2$
b) ciężar cząsteczkowy: 106,16 (1951).

1.2. Normy związane

PN-66/C-04004 Przetwory naftowe. Oznaczanie gęstości (masy właściwej)
PN-66/C-04017 Przetwory naftowe. Pomiar temperatury mętnienia i krystalizacji
PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej
PN-64/C-97054 Produkty węglowodórne. Destylacja normalna metodą Krämera-Spilker
PN-53/C-97062 Produkty węglowodórne. Oznaczanie stopnia zabarwienia produktów z kwasem siarkowym
PN-65/C-97079 Produkty węglowodórne. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu produktów benzolowych
PN-67/0-79252 Produkty w opakowaniach transportowych. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od stopnia czystości rozróżnia się dwa gatunki ksylenu: czysty (cz.) i czysty do analizy (cz.d.a.).

2.2. Przykład oznaczenia ksylenu czystego do analizy:

KSYLEN cz.d.a. BN-68/6191-83

3. WYMAGANIA I BADANIA

3.1. Wymagania ogólne. Ksylen powinien być cieczą bezbarwną, silnie załamującą światło, nierozpuszczalną w wodzie, mieszącą się z alkoholem, chloroformem i eterem; jest łatwopalny.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki		Metody badań, wg
	cz.	cz.d.a.	
a) Gęstość ρ_{40}^{20} , g/cm ³	0,855÷0,870	0,60÷0,866	3.4.1
b) Destylacja normalna: co najmniej 95% powinno przedestylować w granicach temperatur, °C	137÷141	137÷140	PN-64/C-97054
co najmniej 95% powinno przedestylować w zakresie temperatur, °C	3	2	
c) Pozostałość po odparowaniu, %, nie więcej niż	0,0025	0,0015	3.4.2
d) Temperatura mętnienia, °C, nie wyższa niż	15	10	3.4.3
e) Stopień zabarwienia z kwasem siarkowym, nie wyższy niż	0,1	0,1	PN-53/C-97062
f) Wyciąg wodny: kwasowość, %, nie więcej niż	0,001	0,0005	3.4.4
alkaliczność, %, nie więcej niż	0,001	0,0005	3.4.4
g) Tioksemu (dwumetylotiofenu)	brak		3.4.5
h) Związków siarki jako CS ₂	brak		3.4.6

3.3. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

3.4. Opis badań

3.4.1. Oznaczanie gęstości należy wykonać wg PN-66/C-04004 za pomocą areometru, przyjmując

Zakłady Koksochemiczne „Hajduki”

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 11 stycznia 1968 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1968 r.

(Mon. Pol. nr poz.)

we wzorze na obliczenie gęstości współczynnik $\gamma = 0,0009$.

3.4.2. Oznaczanie pozostałości po odparowaniu należy wykonać zgodnie z PN-65/C-97079 z tym zastrzeżeniem, że:

a) różnica między oznaczaniami nie powinna przekraczać 1 mg dla ksylenu cz. oraz 0,5 mg dla ksylenu cz.d.a.,

b) wynik otrzymany w mg/100 ml należy podzielić przez gęstość oznaczoną zgodnie z 3.4.1.

3.4.3. Oznaczanie temperatury mętnienia należy wykonać zgodnie z PN-66/C-04017 p. 2.2.

3.4.4. Oznaczanie odczynu wyciągu wodnego

3.4.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

b) Kwas solny cz.d.a., roztwór 0,1n.

c) Czerwień metylowa, roztwór 0,1-procentowy.

3.4.4.2. Wykonanie oznaczania. Do rozdzielacza o pojemności 250 ml wlać cylindrem pomiarowym 47 ml badanego ksylenu i 50 ml obojętnej wody destylowanej (świeżo przygotowanej przez ogrzewanie w temperaturze wrzenia w ciągu 30 min).

Po dokładnym wytrząśnięciu roztwór wlać do kolby stożkowej pojemności 200 ml i dodać jedną kropkę czerwieni metylowej. Wyciąg może zabarwić się na kolor czerwony lub żółty. Powstałe czerwone zabarwienie nie powinno ustąpić po dodaniu 0,12 ml 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego dla ksylenu cz. i 0,06 ml dla ksylenu cz.d.a., co odpowiada kwasowości 0,001 i 0,0005% w przeliczeniu na HCl.

Powstałe żółte zabarwienie powinno się zmienić na czerwone po dodaniu 0,12 ml 0,1n roztworu kwasu solnego dla ksylenu cz. i 0,06 ml dla ksylenu cz.d.a., co odpowiada alkaliczności 0,001 i 0,0005% w przeliczeniu na NaOH.

3.4.5. Oznaczanie tioksenu (dwumetylotiofenu)

3.4.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. /1,84/.

b) Siarczan żelazowy, roztwór: 12 g siarczanu żelazowego cz. rozpuścić w 100 ml kwasu siarkowego.

c) Izatyna cz.d.a., roztwór: 0,1 g izatyny rozpuścić w 20 ml kwasu siarkowego.

3.4.5.2. Wykonanie oznaczania. 4 ml roztworu siarczanu żelazowego zawierającego jony Fe^{3+} , przygotowanego wg 3.4.5.1, oraz 10 ml badanego ksylenu wprowadzić do cylindra pomiarowego z doszlifowanym korkiem o pojemności 25 ml, dodać 0,3 ml roztworu izatyny i silnie wytrząsać przez 5 min na wytrząsarce o częstotliwości 100 ± 200 skoków/min i długości skoku 50 mm.

Po 15-minutowym odstaniu na pograniczu warstw roztworu ksylenu i kwasu nie powinna się utworzyć fioletowa lub brązowa obwódka.

3.4.6. Oznaczanie związków siarki jako CS_2

3.4.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy cz.d.a. 96-procentowy.

b) Octan ołowiu cz.d.a.

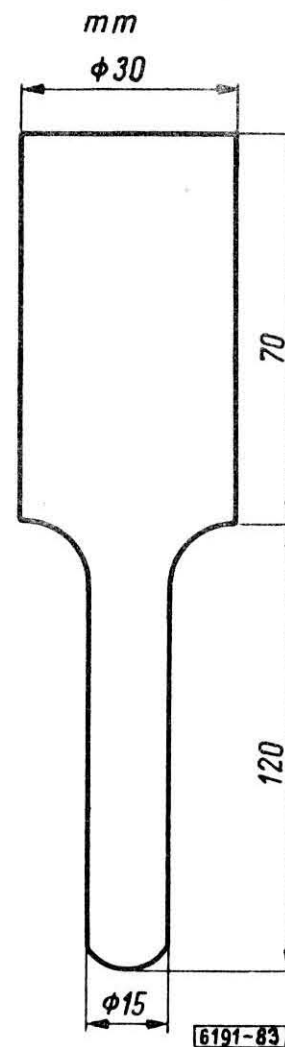
c) Cytrynian potasowy trójzasadowy cz.d.a.

d) Wodorotlenek potasowy cz.d.a.

e) Roztwór ołowinu potasowego przygotowany w następujący sposób: w kolbie pomiarowej 150 ml umieścić 2,5 g octanu ołowiu, 5 g cytrynianu potasowego trójzasadowego, 75 g wodorotlenku potasowego i rozpuścić w 100 ml wody. Otrzymany roztwór uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

3.4.6.2. Wykonanie oznaczania. 12 ml badanego ksylenu zmieszać w probówce wykonanej ze szkła grubościennego (wg rysunku) z 1 ml alkoholu etylowego i 3 ml roztworu ołowinu potasowego, po czym gotować na łaźni olejowej pod chłodnicą zwrotną w ciągu 15 min.

Po dalszych 5 min ogrzewania nie powinien się wytrącić czarny osad, ani roztwór nie powinien zabarwić się na brunatno.



4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Ksylen należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Wielkość opakowania: butelki o pojemności 500, 750, 1000 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

Na opakowaniu należy umieścić napis "Łatwopalne" oraz znak ostrzegawczy wg PN-67/0-79252 p. 2.3.3.

Ksylen należy transportować zgodnie z przepisami dla materiałów łatwopalnych w krytych wagonach kolejowych lub samochodach ciężarowych.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-68/6191-83

Niniejsza norma następuje ZN-66/MPCh/ZPRN-4