

**СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ
ПЕРВИЧНЫЕ ФРАКЦИЙ
 $C_{10}—C_{18}$, $C_{12}—C_{16}$**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Бавика, Л.В. Макарова, Л.Г. Линчевская, С.В. Макаров, Д.П. Стогнушко, З.А. Минькова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.86 № 4187

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21.10.94)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13937—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.3	ГОСТ 14870—77	1.2
ГОСТ 12.1.044—89	2.1	ГОСТ 14871—76	1.2; 5.3
ГОСТ 400—80	5.6.1	ГОСТ 19433—88	6.1
ГОСТ 1510—84	6.1; 6.2	ГОСТ 20015—88	5.7.1
ГОСТ 1770—74	5.7.1	ГОСТ 20287—91	1.2
ГОСТ 2517—85	4.2; 5.1	ГОСТ 22386—77	1.2; 5.4; 5.8
ГОСТ 3118—77	5.7.1	ГОСТ 23018—90	1.2; 5.8
ГОСТ 3956—76	5.6.1	ГОСТ 24006—80	1.2
ГОСТ 4202—75	5.7.1	ГОСТ 24104—88	5.6.1; 5.7.1
ГОСТ 4232—74	5.7.1	ГОСТ 25336—82	5.2; 5.6.1; 5.7.1
ГОСТ 4517—87	5.7.1	ГОСТ 26549—85	1.2; 5.5; 5.8
ГОСТ 6709—72	5.7.1	ГОСТ 26592—85	1.2
ГОСТ 10163—76	5.7.1	ГОСТ 27068—86	5.7.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1989 г., октябре 1990 г., марте 1996 г. (ИУС 3—90, 1—91, 6—96)

Редактор Л.И. Нахимова
Технический редактор В.Н. Прусакова
Корректор Т.И. Кононенко
Компьютерная верстка Е.Н. Мартымяновой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.03.99. Подписано в печать 12.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,87.
Тираж 170 экз. С2554. Зак. 339.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ ПЕРВИЧНЫЕ
ФРАКЦИЙ C₁₀—C₁₈, C₁₂—C₁₆ГОСТ
13937—86

Технические условия

Higher primary fatty alcohols C₁₀—C₁₈, C₁₂—C₁₆ fractions.
Specifications

ОКП 24 2274

Дата введения 01.01.88

Настоящий стандарт распространяется на высшие жирные первичные спирты фракций C₁₀—C₁₈ и C₁₂—C₁₆, получаемые каталитическим восстановлением метиловых эфиров синтетических жирных кислот фракции C₁₀—C₁₆ на медно-хромовых катализаторах с последующей ректификацией. Спирты предназначены для производства поверхностно-активных веществ.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Спирты должны изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям спирты должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для спирта фракции					Метод анализа
	C ₁₀ —C ₁₈			C ₁₂ —C ₁₆		
	Высший сорт ОКП 24 2274 0120	Первый сорт ОКП 24 2274 0130	Второй сорт ОКП 24 2274 0140	Первый сорт ОКП 24 2274 0930	Второй сорт ОКП 24 2274 0940	
1. Внешний вид при 30 °С						По п. 5.2 настоя- щего стандарта По ГОСТ 14871, разд. 1 и п. 5.3 на- стоящего стандарта По ГОСТ 14871, разд. 1
2. Цвет по йодной шкале, мг I ₂ /100 см ³ , не более	0,4	0,5	0,5	0,5	0,5	
3. Цветность по платиново-кобальто- вой шкале, ед. Хазена, не более	60	60	—	60	—	
4. Кислотное чис- ло, мг КОН/г, не более	0,08	0,1	0,1	0,08	0,1	

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1987
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Наименование показателя	Норма для спирта фракции					Метод анализа
	C ₁₀ —C ₁₈			C ₁₂ —C ₁₆		
	Высший сорт ОКП 24 2274 0120	Первый сорт ОКП 24 2274 0130	Второй сорт ОКП 24 2274 0140	Первый сорт ОКП 24 2274 0930	Второй сорт ОКП 24 2274 0940	
5. Эфирное число, мг КОН/г, не более	0,8	1,0	1,1	0,5	1,0	По ГОСТ 26549
6. Гидроксильное число, мг КОН/г	265—290	265—290	265—290	265—275	260—285	По ГОСТ 23018
7. Массовая доля воды, %, не более	0,25	0,3	0,3	0,2	0,3	По ГОСТ 14870, разд. 2
8. Массовая доля углеводородов, %, не более	1,6	1,7	1,9	1,4	1,9	По п. 5.6 настоя- щего стандарта
9. Йодное число, г J ₂ /100 г, не более	0,7	1,0	1,0	1,0	1,0	По п. 5.7 настоя- щего стандарта
10. Карбонильное число, мг КОН/г, не более	0,8	1,0	1,0	1,1	1,5	По ГОСТ 26592
11. Массовая доля основного вещества, %, не менее	98	97	—	98	—	По п. 5.8 настоя- щего стандарта
12. Фракционный состав, %, не более:						По ГОСТ 24006
до C ₁₀	3,0	5,0	5,8	—	—	
до C ₁₂	—	—	—	4,0	6,0	
св. C ₁₈	3,0	3,0	4,0	—	—	
св. C ₁₆	—	—	—	4,0	7,0	
13. Температура застывания, °С	—	—	—	20—22	20—28	По ГОСТ 20287

Примечания:

1. Для производства алкамона ДС-У марок А и Б используют жирные спирты высшего и первого сортов.
2. Показатель 2 изготовитель определяет для спиртов, предназначенных для производства синтанола ДС-10.
- (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Спирты фракций C₁₀—C₁₈ и C₁₂—C₁₆ — горючие вещества.

Показатели пожаровзрывоопасности, определяемые по ГОСТ 12.1.044:

	C ₁₀ —C ₁₈	C ₁₂ —C ₁₆
температура вспышки, °С, не ниже	118	128
температура воспламенения, °С, не ниже	137	153
температура самовоспламенения, °С, не ниже	234	232
температурные пределы воспламенения, °С:		
нижний	107	129
верхний	160	159

2.2. Основные средства пожаротушения:

пенные и углекислотные огнетушители, песок — при загорании небольшого количества продукта;

воздушно-механическая пена — при загорании продукта, разлитого на значительной площади; химическая или воздушно-механическая пена высокой кратности — при загорании в резервуаре.

2.3. По степени воздействия на организм спирты фракций C_{10} — C_{18} и C_{12} — C_{16} согласно ГОСТ 12.1.007 относятся к умеренно опасным веществам (3-й класс опасности). Они обладают наркотическими свойствами, а также оказывают раздражающее действие на слизистые оболочки глаз и верхние дыхательные пути.

2.4. При работе со спиртами необходимо пользоваться средствами индивидуальной защиты.

Производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. Оборудование должно быть герметичным.

3. ОХРАНА ПРИРОДЫ

3.1. В случае нарушения герметичности оборудования при производстве и использовании спирты фракций C_{10} — C_{18} и C_{12} — C_{16} способны загрязнять атмосферу.

Канцерогенные и мутагенные свойства спиртов отсутствуют.

3.2. Сточные воды и газовые выбросы, содержащие спирты, должны подвергаться локальной очистке. Для локальной очистки сточных вод следует использовать жироловушки отстойного типа. Окончательную очистку сточных вод осуществляют на биологических очистных сооружениях. Для очистки газовых выбросов следует использовать конденсаторы поверхностного типа.

4. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

4.1. Спирты принимают партиями. Партией считают любое количество спиртов, но не более 60 т, сопровождаемое одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта и его сорт;

номер партии;

массу брутто и нетто;

нормы показателей качества, результаты проведенного анализа или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

дату изготовления;

обозначение настоящего стандарта.

При отправке на экспорт к документу о качестве прилагают полную хроматограмму фракционного состава.

При отгрузке спиртов в железнодорожных цистернах каждую цистерну принимают за партию.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2. Объем выборки — по ГОСТ 2517.

4.3. Гидроксильное, йодное и карбонильное числа, массовую долю основного вещества, температуру застывания изготовитель определяет периодически по требованию потребителя, но не реже одного раза в квартал.

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний испытания переводят в приемо-сдаточные до получения положительных результатов на трех партиях подряд.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке из бочек или вновь отобранной пробе из цистерны.

Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

5. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

5.1. Пробы спиртов отбирают по ГОСТ 2517. Объем объединенной пробы должен быть не менее 1 дм³.

5.2. Внешний вид спиртов определяют визуально. Для этого в пробирку из бесцветного стекла по ГОСТ 25336 помещают спирты фракции C_{10} — C_{18} или предварительно расплавленные спирты фракции C_{12} — C_{16} . Просматривают на белом фоне при дневном освещении или освещении лампой дневного света. Определение проводят при температуре $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$.

5.3. Определение цветности по йодной шкале

Цветность спиртов определяют по ГОСТ 14871, разд. 1 (визуальный метод цветовой йодной шкалы). Цветовую шкалу (растворы сравнения) готовят с показателями цветности 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 и 0,6 мг $J_2/100\text{ см}^3$. Температура спиртов в момент сравнения должна быть $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$.

5.4. Кислотное число определяют по ГОСТ 22386. При этом за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений, расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,05 мг КОН/г.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,025$ мг КОН/г при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.5. Эфирное число определяют по ГОСТ 26549. При этом за результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений, расхождение между наиболее отличающимися значениями которых не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 мг КОН/г.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ мг КОН/г при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.1—5.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5.6. Определение массовой доли углеводов

5.6.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Силикагель марки АСКГ по ГОСТ 3956, прокаленный в тонком слое в течение 1 ч при температуре 550°C .

Эфир петролейный с пределом выкипания $40\text{—}70^\circ\text{C}$.

Колонка хроматографическая насадочная стеклянная внутренним диаметром 15—16 мм, высотой 680—700 мм, с шаровидным расширением диаметром 25—30 мм в верхней части и с носиком в нижней части колонки.

Колба Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стакан Н-1—50 ТС по ГОСТ 25336.

Термометр ТН 5 по ГОСТ 400.

Алонж АИ-14/23—60 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

5.6.2. Подготовка к анализу

Нижнюю часть колонки уплотняют кусочком гигроскопической ваты, затем засыпают свежeproкаленный силикагель порциями, одновременно уплотняя постукиванием по колонке стеклянной палочкой, защищенной резиновой трубкой. Заполнение колонки заканчивают, когда уровень силикагеля перестанет изменяться (уровень силикагеля должен быть на 1,5—2,0 см ниже расширенной части колонки). В колонку должно входить около 60 г силикагеля.

Силикагель смачивают 15 см^3 петролейного эфира.

5.6.3. Проведение анализа

($5,0 \pm 0,5$) г анализируемого продукта взвешивают в стакане. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Растворяют в $10\text{—}15\text{ см}^3$ петролейного эфира. Полученный раствор переносят в хроматографическую колонку, переливая его по палочке. Стакан ополаскивают 2—3 раза по 10 см^3 петролейного эфира и содержимое также переносят в колонку.

Через 30 мин в колонку добавляют $100\text{—}150\text{ см}^3$ петролейного эфира порциями таким образом, чтобы над силикагелем постоянно сохранялся уровень эфира 5—10 мм.

Экстракт углеводов собирают в предварительно взвешенную колбу. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Растворитель из колбы отгоняют на водяной бане. Следы растворителя удаляют высушиванием в сушильном шкафу при температуре $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$. Первое взвешивание проводят через 1,5 ч после начала сушки, охлаждая колбу перед каждым взвешиванием в эксикаторе, заполненном прокаленным хлористым кальцием. Последующие взвешивания проводят через каждые 20 мин до тех пор, пока разность между результатами двух последовательных взвешиваний не будет превышать 0,001 г.

5.6.4. *Обработка результатов*

Массовую долю углеводородов (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса выделенных углеводородов, г;

m — масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,1$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.6.3, 5.6.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

5.7. *Определение йодного числа*5.7.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Цилиндр 1—25—2, 1—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба 2—1000 по ГОСТ 1770.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Калий йодистый по ГОСТ 4232 и раствор с массовой долей 10 %.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202 и раствор с массовой долей 1 %.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %, свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Йод хлористый, солянокислый раствор молярной концентрации 0,2 моль/дм³; готовят следующим образом: взвешивают 11,1 г йодистого калия и 7 г йодноватокислого калия. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до первого десятичного знака. Помещают в мерную колбу и растворяют в 50 см³ воды. В колбу приливают 50 см³ соляной кислоты и взбалтывают до полного растворения йода.

Затем в раствор прибавляют 20 см³ хлороформа и при энергичном взбалтывании добавляют по каплям раствор йодноватокислого калия (около 12 см³) до обесцвечивания фиолетовой окраски хлороформенного слоя. Объем раствора доводят водой до метки. Затем отделяют раствор хлористого йода от хлороформа.

Раствор хранят в склянке из темного стекла при комнатной температуре. Раствор устойчив в течение пятнадцати дней.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.7.2. *Проведение анализа*

(1,2±0,2) г анализируемого продукта взвешивают в конической колбе. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Приливают 10 см³ хлороформа и осторожно взбалтывают до полного растворения навески.

Затем из бюретки приливают 15 см³ солянокислого раствора хлористого йода. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, тщательно перемешивают и оставляют стоять в темном месте в течение 20 мин, периодически перемешивая.

Затем в колбу приливают 10 см³ раствора йодистого калия, 50 см³ воды, смывая внутреннюю поверхность пробки и колбы. Смесь взбалтывают и йод, выделившийся из избыточного хлористого йода, титруют при энергичном перемешивании раствором тиосульфата натрия до получения светло-желтой окраски.

После этого в колбу приливают 1—2 см³ свежеприготовленного раствора крахмала и продолжают титрование до полного исчезновения синего окрашивания, энергично взбалтывая.

Одновременно в тех же условиях и с теми же количествами реактивов проводят контрольный опыт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.7.3. Обработка результатов

Йодное число (X_1) в граммах йода на 100 г анализируемого продукта вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,01269 (V - V_1) \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/см³, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

0,01269 — масса йода, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³, г;

m — масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 г J₂/100 г.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,05$ г J₂/100 г при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5.8. Определение массовой доли основного вещества

Массовую долю основного вещества (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_3}{X_3 + X_4 + X_5} \cdot (100 - X),$$

где X — массовая доля углеводов в анализируемом продукте, определяемая как указано в п. 5.6, %;

X_3 — гидроксильное число анализируемого продукта, определяемое по ГОСТ 23018, мг КОН/г;

X_4 — кислотное число анализируемого продукта, определяемое по ГОСТ 22386, мг КОН/г;

X_5 — эфирное число анализируемого продукта, определяемое по ГОСТ 26549, мг КОН/г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 1 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

6.1. Упаковку, маркировку и транспортирование спиртов осуществляют по ГОСТ 1510 со следующим дополнением: спирты транспортируют в железнодорожных цистернах или бочках из безникелевой нержавеющей стали или алюминия. По согласованию с потребителем допускается использование бочек и железнодорожных цистерн из углеродистой стали.

Спирты в соответствии с классификацией опасных грузов по ГОСТ 19433 отнесены к классу 9, подклассу 9.2, классификационный шифр — 921.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2. Спирты хранят по ГОСТ 1510 в обогреваемых резервуарах, изготовленных из алюминия или безникелевой нержавеющей стали, при температуре не выше 70 °С.

7. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

7.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества спиртов требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

7.2. Гарантийный срок хранения спиртов — 1 год со дня изготовления.