# ГОСТ 13937-86 Спирты высшие жирные первичные фракций С(10)-С(18), С(12)-С(16). Технические условия (с Изменениями N 1, 2, 3)

ГОСТ 13937-86

Группа Л25

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТЫ ВЫСШИЕ ЖИРНЫЕ ПЕРВИЧНЫЕ
ФРАКЦИЙ C-C, С-С

Технические условия

Higher primary fatty alcohols C-C, С-С fractions.
Specifications

ОКП 24 2274

Дата введения 1988-01-01

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 N 4187

Изменение N 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 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 |
| ГОСТ 12.1.007-76 | 2.3 |
| ГОСТ 12.1.044-89 | 2.1 |
| ГОСТ 400-80 | 5.6.1 |
| ГОСТ 1510-84 | 6.1; 6.2 |
| ГОСТ 1770-74 | 5.7.1 |
| ГОСТ 2517-85 | 4.2; 5.1 |
| ГОСТ 3118-77 | 5.7.1 |
| ГОСТ 3956-76 | 5.6.1 |
| ГОСТ 4202-75 | 5.7.1 |
| ГОСТ 4232-74 | 5.7.1 |
| ГОСТ 4517-87 | 5.7.1 |
| ГОСТ 6709-72 | 5.7.1 |
| ГОСТ 10163-76 | 5.7.1 |
| ГОСТ 14870-77 | 1.2 |
| ГОСТ 14871-76 | 1.2; 5.3 |
| ГОСТ 19433-88 | 6.1 |
| ГОСТ 20015-88 | 5.7.1 |
| ГОСТ 20287-91 | 1.2 |
| ГОСТ 22386-77 | 1.2; 5.4; 5.8 |
| ГОСТ 23018-90 | 1.2; 5.8 |
| ГОСТ 24006-80 | 1.2 |
| ГОСТ 24104-88\* | 5.6.1; 5.7.1 |
| \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 24104-2001, здесь и далее по тексту. - Примечание "КОДЕКС". |
| ГОСТ 25336-82 | 5.2; 5.6.1; 5.7.1 |
| ГОСТ 26549-85 | 1.2; 5.5; 5.8 |
| ГОСТ 26592-85 | 1.2 |
| ГОСТ 27068-86 | 5.7.1 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу N 5-94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1989 г., октябре 1990 г., марте 1996 г. (ИУС 3-90, 1-91, 6-96)

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Спирты должны изготовляться 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.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  | Норма для спирта фракции |  |
| Наименованиепоказателя | C-C | С-С | Метод анализа |
|  | Высший сорт ОКП 24 2274 0120 | Первый сорт ОКП 24 2274 0130 | Второй сорт ОКП24 2274 0140 | Первый сорт ОКП24 2274 0930 | Второй сорт ОКП24 2274 0940 |  |
| 1. Внешний вид при 30 °С | Прозрачная жидкость | По п.5.2 настоящего стандарта |
| 2. Цвет по йодной шкале, мг J/100 см, не более | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | По ГОСТ 14871, разд.1 и п.5.3 настоящего стандарта |
| 3. Цветность по платиново-кобальтовой шкале, ед. Хазена, не более | 60 | 60 | - | 60 | - | По ГОСТ 14871, разд.1 |
| 4. Кислотное число, мг КОН/г, не более | 0,08 | 0,1 | 0,1 | 0,08 | 0,1 | По ГОСТ 22386 и п.5.4 настоящего стандарта |
| 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 настоящего стандарта |
| 9. Йодное число, г J/100 г, не более | 0,7 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | По п.5.7 настоящего 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 настоящего стандарта |
| 12. Фракционный состав, %, не более: |  |  |  |  |  | По ГОСТ 24006 |
| до C | 3,0 | 5,0 | 5,8 | - | - |  |
| до C | - | - | - | 4,0 | 6,0 |  |
| св. C | 3,0 | 3,0 | 4,0 | - | - |  |
| св. C | - | - | - | 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. N 2, 3).

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Спирты фракций C-C и С-С - горючие вещества.

Показатели пожаровзрывоопасности, определяемые по ГОСТ 12.1.044:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  |  |  |
|  | C-C | С-С |
| 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-C и С-С 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-C и С-С 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. N 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. N 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 дм.

5.2. Внешний вид спиртов определяют визуально. Для этого в пробирку из бесцветного стекла по ГОСТ 25336 помещают спирты фракции C-C или предварительно расплавленные спирты фракции С-С. Просматривают на белом фоне при дневном освещении или освещении лампой дневного света. Определение проводят при температуре (30±2) °С.

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/100 см. Температура спиртов в момент сравнения должна быть (30±2) °С.

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 ±0,025 мг КОН/г при доверительной вероятности =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 ±0,1 мг КОН/г при доверительной вероятности =0,95.

5.1-5.5. (Измененная редакция, Изм. N 1).

5.6. Определение массовой доли углеводородов

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 °С.

Эфир петролейный с пределом выкипания 40-70 °С.

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.

Аллонж 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 свежепрокаленный 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 петролейного эфира.

5.6.3. Проведение анализа

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

Через 30 мин в колонку добавляют 100-150 см петролейного эфира порциями таким образом, чтобы над силикагелем постоянно сохранялся уровень эфира 5-10 мм.

Экстракт углеводородов 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±2) °С. 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 () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - масса выделенных углеводородов, г;

 - 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 ±0,1% при доверительной вероятности =0,95.

5.6.3, 5.6.4. (Измененная редакция, Изм. N 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 см с ценой деления 0,1 см.

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 (NaSO·5HO)=0,1 моль/дм (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/дм; 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 см воды. В колбу приливают 50 см соляной кислоты и взбалтывают до полного растворения йода.

Затем в раствор прибавляют 20 см хлороформа и при энергичном взбалтывании добавляют по каплям раствор йодноватокислого калия (около 12 см) 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

. N 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 смхлороформа и осторожно взбалтывают до полного растворения навески.

Затем из бюретки приливают 15 см 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 см раствора йодистого калия, 50 см 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 см 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. N 1).

5.7.3. Обработка результатов

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

,

где  - объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/см, израсходованный на титрование анализируемой пробы, см;

 - объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см;

0,01269 - масса йода, соответствующая 1 см раствора тиосульфата натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм, г;

 - 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 J/100 г.

Допускаемая суммарная погрешность результата анализа ±0,05 г J/100 г при доверительной вероятности =0,95.

(Измененная редакция, Изм. N

1, 3).

5.8. Определение массовой доли основного вещества

Массовую долю основного вещества () в процентах вычисляют по формуле

,

где  - массовая доля углеводородов в анализируемом продукте, определяемая как указано в п.5.6, %;

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

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

 - 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 =0,95.

(Измененная редакция, Изм. N 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. N 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.