

ЦЕТАН ЭТАЛОННЫЙ

Технические условия

Grade reference cetane,
SpecificationsГОСТ
12525—85МКС 75.160.20
ОКП 02 5842 0400

Дата введения 01.01.87

Настоящий стандарт распространяется на эталонный цетан (гексадекан), получаемый ректификацией продуктов синтеза оксида углерода и водорода и применяемый в качестве первичного эталонного топлива при определении цетановых чисел дизельных топлив по методу совпадения вспышек.

Формулы: эмпирическая $C_{16}H_{34}$,
структурная $CH_3-(CH_2)_{14}-CH_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 226,47.

Цетановое число эталонного цетана принимают за 100.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Эталонный цетан должен изготавливаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям эталонный цетан должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
1. Внешний вид	Прозрачная жидкость без осадка	По п. 4.2
2. Цвет, условные марки, не более	3	По п. 4.3
3. Массовая доля гексадекана, $C_{16}H_{34}$, %, не менее	98,0	По п. 4.4
4. Температура кристаллизации, °С, не ниже	17,0	По ГОСТ 18995.5
5. Содержание непредельных углеводородов	Отсутствие	По п. 4.5

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Эталонный цетан — бесцветная, горючая, трудновоспламеняющаяся жидкость с температурой вспышки в открытом тигле 135 °С, температурой самовоспламенения 202 °С.

По классификации опасных грузов в соответствии с ГОСТ 19433 эталонный цетан относится к 9-му классу опасности, подклассу 9.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Эталонный цетан представляет собой смесь углеводородов парафинового ряда, обладает наркотическим и раздражающим действием. При длительном воздействии на организм человека возникают функциональные нервные расстройства, раздражение кожи, конъюнктивит, заболевания дыхательных путей.

Предельно допустимая концентрация паров цетана в воздухе производственных помещений (в пересчете на углерод) 300 мг/м³.

По степени воздействия на организм в соответствии с ГОСТ 12.1.007 эталонный цетан относится к 4-му классу опасности.

2.3. К мерам предупреждения отравлений относятся: герметизация аппаратуры и коммуникаций, надлежащая вентиляция помещений, соблюдение правил личной гигиены.

2.4. В качестве индивидуальных средств защиты применяют фильтрующий противогаз марки А, специальную одежду, специальную обувь и предохранительные приспособления.

2.5. При загорании эталонного цетана применяют следующие средства пожаротушения: песок, порошковые и газовые огнетушители, асбестовое одеяло, химическую пену.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Эталонный цетан принимают партиями. За партию принимают количество продукта, однородное по своим качественным показателям и сопровождаемое одним документом о качестве. Масса партии — не более 3 т.

Состояние упаковки и правильность маркировки проверяют на каждой упаковочной единице.

Объем выборки — по ГОСТ 2517.

3.2. При получении неудовлетворительных результатов испытаний хотя бы по одному показателю по нему проводят повторное испытание на удвоенной выборке. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2517. Объем объединенной пробы 2 дм³.

4.2. Определение внешнего вида

4.2.1. Эталонный цетан, налитый в цилиндр из бесцветного стекла диаметром 20—30 мм, считают прозрачным, если при визуальном рассмотрении невооруженным глазом в проходящем свете (температура цетана должна быть 40—50 °С) в нем не наблюдается взвешенных или осевших на дно частиц и других нерастворимых компонентов.

4.3. Определение цвета

Цвет эталонного цетана определяют по ГОСТ 2667 на колориметре типа КНС-1 или КНС-2.

4.4. Определение массовой доли гексадекана

4.4.1. Реактивы и приборы

Азот газообразный по ГОСТ 9293, высшего сорта.

Водород по ГОСТ 3022, марки А.

Воздух класса I по ГОСТ 17433.

Кремнийорганическая смазка Е-301.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Хромосорб w размером частиц 0,25—0,5 или 0,16—0,25 мм.

Целит 545 размером частиц 0,25—0,5 или 0,16—0,25 мм.

Октадекан (внутренний эталон).

Баня водяная.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104*.

Колонка газохроматографическая длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц МШ-10.

Пробирка с притертой пробкой по ГОСТ 25336.

Стакан ВН-100 по ГОСТ 25336.

Чашка фарфоровая выпарительная № 3 по ГОСТ 9147.

Секундомер.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427 с ценой деления 1 мм.

Хроматограф газовый любой марки с пламенно-ионизационным детектором.

Кроме указанных твердых носителей и кремнийорганической смазки Е-301, допускается применять другие носители и неподвижные фазы, дающие аналогичную степень разделения компонентов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

4.4.2. Подготовка к испытанию

4.4.2.1. Приготовление насадки для колонки хроматографа

Кремнийорганическую смазку Е-301 массой, равной 10 % массы твердого носителя (хромосорба ω или целита 545), взвешивают, записывая результат взвешивания в граммах с точностью до второго десятичного знака, и растворяют в теплом хлороформе. Объем хлороформа берут в пятикратном избытке по отношению к объему твердого носителя.

Навеску твердого носителя помещают в фарфоровую чашку и заливают раствором кремнийорганической смазки Е-301 в хлороформе. Хлороформ испаряют досуха на водяной бане 40—50 °С при периодическом осторожном перемешивании стеклянной палочкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.2.2. Заполнение колонки хроматографа и ее стабилизация

Чистую и сухую колонку заполняют приготовленной насадкой под вакуумом при постоянном постукивании деревянной палочкой. Концы колонок закрывают тампонами из стеклянной ваты.

Для стабилизации заполненную колонку устанавливают в хроматограф и, не подсоединяя к детектору, продувают азотом со скоростью 3 дм³/ч при температурах: 130 °С — 1 ч, 150 °С — 2 ч, 180 °С — 4 ч, 230 °С — 2 ч.

После стабилизации колонку охлаждают и присоединяют к детектору.

4.4.2.3. Приготовление смеси цетана с октадеканом (внутренним эталоном)

В пробирке с притертой пробкой готовят смесь цетана с октадеканом, массовая доля которого составляет 2—2,5 %. Смесь взвешивают на лабораторных весах с точностью до четвертого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4.3. Проведение испытания

Массовую долю цетана (гексадекана) определяют методом внутреннего эталона. Смесь цетана с октадеканом вводят в колонку хроматографа микрошприцем.

Хроматограмму снимают при режиме:

Температура термостата колонки, °С	160—170
Температура камеры испарения, °С	270—280
Расход газа-носителя, дм ³ /ч	2—3
Расход водорода, дм ³ /ч	2
Расход воздуха, дм ³ /ч	20
Объем вводимой пробы, мм ³	0,2—0,4

Типовая хроматограмма эталонного цетана приведена на чертеже.

Последовательность выхода и ориентировочное время удерживания каждого компонента приведены в табл. 2.

Таблица 2

Наименование компонента	Время удерживания
Неидентифицированные компоненты:	
1	1 мин 5 с
2	1 мин 40 с
3	2 мин 30 с
4	3 мин 30 с
Пентадекан	5 3 мин 45 с
Гексадекан	6 7 мин
Неидентифицированный компонент	7 7 мин 30 с
Гептадекан	8 9 мин 15 с
Октадекан	9 14 мин

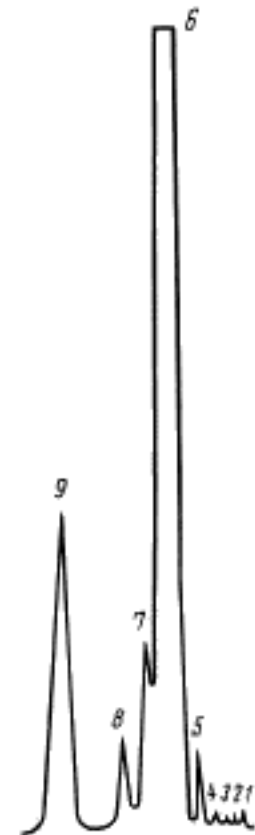
4.4.4. Обработка результатов

На полученной хроматограмме линейкой измеряют высоты максимумов пиков компонентов примесей, время удерживания компонентов измеряют секундомером.

Массовую долю эталонного цетана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \sum X_i$$

где $\sum X_i$ — сумма массовых долей всех примесей, %.



1, 2, 3, 4, 7 — неидентифицированные компоненты; 5 — пентадекан; 6 — гексадекан; 8 — гептадекан; 9 — октадекан (внутренний эталон)

Массовую долю каждого компонента примесей (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{\tau_i h_i}{\tau_0 h_0} \cdot A_0,$$

где τ_i — время удерживания i -го компонента, с;

τ_0 — время удерживания октадекана, с;

h_i — высота максимума пика i -го компонента, мм;

h_0 — высота максимума пика октадекана, мм;

A_0 — массовая доля октадекана, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,4 % абс.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.5. Определение непредельных углеводородов

4.5.1. Качественный метод определения непредельных углеводородов в эталонном цетане основан на способности брома присоединяться по месту двойной связи непредельных углеводородов.

4.5.2. Реактивы и посуда

Бром по ГОСТ 4109.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Пробирки П 1—14—120 или 16—150 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—2—10 и 1—1—1 по ГОСТ 29169.

Секундомер механический.

4.5.3. Подготовка к испытанию

Для приготовления раствора брома 17 г брома растворяют в 1 дм³ свежеприготовленного четыреххлористого углерода. Хранят раствор в течение 30 сут в темной склянке.

4.5.4. Проведение испытания

В пробирку из бесцветного стекла помещают 10 см³ профильтрованного через фильтровальную бумагу эталонного цетана (при температуре на 3—5 °С выше температуры плавления), добавляют пипеткой 2 капли раствора брома и встряхивают.

В эталонном цетане непредельные углеводороды отсутствуют, если желтая окраска раствора не исчезает в течение 3 мин.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение эталонного цетана — по ГОСТ 1510 со следующими дополнениями: эталонный цетан упаковывают в бидоны вместимостью 20 дм³ по НТД или банки из белой жести вместимостью 3 дм³ по ГОСТ 6128. Бидоны и банки запаивают и помещают в решетчатые ящики по ГОСТ 2991 типа V—I. Транспортная маркировка должна содержать манипуляционные знаки «Беречь от нагрева», «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192, знак опасности по ГОСТ 19433, соответствующий подклассу 9.1 черт. 9 и классификационному шифру 9133. Транспортирование железнодорожным транспортом осуществляют в крытых вагонах мелкими отправлениями.

5.2. В случае поставки в адрес одного грузополучателя более четырех грузовых мест проводят укрупнение грузовых мест в транспортные пакеты по ГОСТ 24597 и ГОСТ 26663.

Для формирования пакетов применяют плоские поддоны типа 2П4—800×1200—1,0 Д по ГОСТ 9078.

Скрепление груза в транспортные пакеты проводят по ГОСТ 21650 стальной упаковочной лентой шириной 15—20 мм.

Максимальные размеры пакета:

1200×800×1320 мм — для банок вместимостью 3 дм³;

1208×810×1130 мм — для бидонов вместимостью 20 дм³.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие эталонного цетана требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения эталонного цетана — 24 мес со дня изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Маликов А.В., Листова Г.П., Филиппов В.В., Вакуленко И.И., Селицкий А.П.

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.07.85 № 2227

3. ВЗАМЕН ГОСТ 12525—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.007—76	2.2	ГОСТ 14192—96	5.1
ГОСТ 427—75	4.4.1	ГОСТ 17433—80	4.4.1
ГОСТ 1510—84	5.2	ГОСТ 18995.5—73	1.2.4
ГОСТ 2517—85	3.1, 4.1	ГОСТ 19433—88	2.1, 5.1
ГОСТ 2667—82	4.3	ГОСТ 20015—88	4.4.1
ГОСТ 2991—85	5.1	ГОСТ 20288—74	4.5.2
ГОСТ 3022—80	4.4.1	ГОСТ 21650—76	5.2
ГОСТ 4109—79	4.5.2	ГОСТ 24104—88	4.4.1
ГОСТ 6128—81	5.1	ГОСТ 24597—81	5.1
ГОСТ 9078—84	5.2	ГОСТ 25336—82	4.5.1, 4.5.2
ГОСТ 9147—80	4.4.1	ГОСТ 26663—85	5.1
ГОСТ 9293—74	4.4.1	ГОСТ 29169—91	4.5.2
ГОСТ 12026—76	4.5.2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91)