МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33550—
2015**

ДИСТИЛЛЯТЫ НЕФТЯНЫЕ И ОЛЕФИНЫ АЛИФАТИЧЕСКИЕ ТОВАРНЫЕ

Определение бромного числа электрометрическим титрованием

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 31 «Нефтяные топлива и смазочные материалы», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт по переработке нефти» (ОАО «ВНИИ НП») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (от 27 октября 2015 г. протокол № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 февраля 2016 г. № 77-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33550—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 1159—07(2012) Standard test method for bromine numbers of petroleum distillates and commercial aliphatic olefins by electrometric titration (Стандартный метод определения бромных чисел в нефтяных дистиллятах и товарных алифатических олефинах).

Стандарт разработан комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы», и непосредственную ответственность за метод несет подкомитет D02.04.0D по физическим методам анализа.

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Назначение и применение 2
6 Аппаратура 2
7 Реактивы 3
8 Процедура проверки 5
9 Проведение испытаний 6
10 Вычисления 7
11 Прецизионность и смещение 7
Приложение А1 (обязательное) Бромное число различных соединений, определенное электрометрическим титрованием 9
Приложение А2 (обязательное) Вычисление содержания олефинов 15
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам ASTM 18

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ДИСТИЛЛЯТЫ НЕФТЯНЫЕ И ОЛЕФИНЫ АЛИФАТИЧЕСКИЕ ТОВАРНЫЕ

Определение бромного числа электрометрическим титрованием

Petroleum distillates and commercial aliphatic olefins.
Determination of bromine number by electrometric titration

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод[1)] определения бромного числа и распространяется на следующие продукты:

1.1.1 Нефтяные дистилляты, практически не содержащие соединений легче изобутана, 90 % которых перегоняется до температуры 327 °С (626 °F) (ASTM D 86).

Настоящий метод обычно применяют для анализа бензина (этилированного, неэтилированного и оксигенатных топлив), керосина и дистиллятов, подобных газойлю, для которых характерны следующие пределы выкипания:

Температура отгона 90 %, °С (°F)	Бромное число, не более
Не более 205 (400)	175
205—327 (400—626)	10

1.1.2 Товарные олефины, представляющие собой смеси алифатических моноолефинов и имеющие бромное число в диапазоне 95—165 (см. примечание 1).

Настоящий стандарт используют для анализа таких продуктов, как товарные тримеры и тетрамеры пропилена, димеры бутилена, смеси ноненов, октенов и гептенов.

Настоящий метод не распространяется на нормальные α-олефины.

Примечание 1 — Ограничения по бромному числу введены в связи с тем, что точность настоящего метода испытаний была определена только для указанного диапазона бромных чисел.

1.2 Значение бромного числа является показателем количества реагирующих с бромом компонентов, но не устанавливает их состав; в приложении А1 приведена информация по применению настоящего стандарта для определения ненасыщенности олефинов.

1.3 Для смесей нефтяных углеводородов с бромным числом менее 1,0 более точное определение компонентов, реагирующих с бромом, можно определить по ASTM D 2710. Если бромное число менее 0,5, то следует использовать метод испытаний по ASTM D 2710 или сравнимые с ним методы определения бромных индексов для товарных ароматических углеводородов, методы испытаний ASTM D 1492 или ASTM D 5776 согласно области их применения. Практика использования коэффициента, равного 1000, для перевода бромного числа в бромный индекс не применима при таких низких значениях бромного числа.

1.4 Значения, установленные в единицах СИ, приняты в качестве стандартных. Значения в единицах системы дюйм — фунт, приведенные в скобках, указаны только для информации.

[1)] Dubois, H. D., and Skoog, D. A., «Determination of Bromine Addition Numbers», Analytical Chemistry, Vol 20, 1948, pp. 624—627.

Издание официальное

1.5 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Специальные требования безопасности приведены в разделах 7—9.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

2.1 Стандарты ASTM[1)]:

ASTM D 86 Test method for distillation of petroleum products at atmospheric pressure (Метод определения дистилляции нефтепродуктов при атмосферном давлении)

ASTM D 1193 Specification for reagent water (Спецификации на воду-реактив)

ASTM D 1492 Test method for bromine index of aromatic hydrocarbons by coulometric titration (Метод определения бромного индекса ароматических углеводородов кулонометрическим титрованием)

ASTM D 2710 Test method for bromine index of petroleum hydrocarbons by electrometric titration (Метод определения бромного индекса нефтяных углеводородов электрометрическим титрованием)

ASTM D 5776 Test method for bromine index of aromatic hydrocarbons by electrometric titration (Метод определения бромного индекса ароматических углеводородов электрометрическим титрованием)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **бромное число** (bromine number): Масса брома в граммах, взаимодействующего со 100 г образца в стандартных условиях.

4 Сущность метода

4.1 Титруют стандартным бромид-броматным раствором установленную массу образца, растворенную в выбранном для этой цели растворителе (см. 8.1), при температуре от 0°С до 5°С (32°F — 41°F). Конечную точку титрования определяют по резкому скачку потенциала, вызванному присутствием свободного брома и фиксируемому аппаратом для электрометрического титрования.

5 Назначение и применение

5.1 Бромное число используют для оценки содержания ненасыщенных алифатических углеводородов в образцах нефтепродуктов. С помощью вычислений в соответствии с приложением А2 бромное число можно использовать для оценки процентного содержания олефинов в нефтяных дистиллятах, выкипающих при температуре не выше 315 °С (600 °F).

5.2 Бромное число товарных алифатических моноолефинов косвенно характеризует их чистоту и идентичность.

6 Аппаратура

6.1 Аппарат для титрования с электрометрическим определением конечной точки

Можно использовать любой аппарат подобного типа в сочетании с источником поляризационного тока, обладающим высоким сопротивлением, разработанный для титрования с предварительно заданными конечными точками (см. примечание 2), способный поддерживать напряжение, равное примерно 0,8 В, между двумя платиновыми электродами и обладающий чувствительностью, которая позволяет

[1)] Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM website, gost.e-ecolog.ru ужбе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru акже в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

фиксировать конечную точку титрования при изменении напряжения на электродах приблизительно на 50 мВ. Пригодны другие виды электронных титраторов, включая некоторые типы pH-метров.

Примечание 2 — Предварительно заданную конечную точку титрования получают с использованием поляризованных электродов, обеспечивающих детектирование конечной точки титрования, подобное технике «dead stop», которая была изложена в предшествующих версиях настоящего метода испытаний.

6.2 Сосуд для титрования

Стеклянный сосуд с рубашкой высотой примерно 120 мм, внутренним диаметром 45 мм, обеспечивающий поддержание температуры образца от 0°C до 5°C (от 32°F до 41°F).

6.3 Мешалка

Используют любую магнитную перемешивающую систему.

6.4 Электроды

Два электрода из платиновой проволоки длиной 12 мм, диаметром 1 мм каждый. Электроды должны быть установлены на расстоянии 5 мм друг от друга и приблизительно на 55 мм ниже уровня титруемого раствора. Пару электродов регулярно очищают, используя 65 %-ный раствор азотной кислоты, и перед использованием промывают дистиллированной водой.

6.5 Бюретка

Любая система подачи жидкости, способная дозировать титрант объемом 0,05 $см^3$, или с меньшей градуировкой.

7 Реактивы

7.1 Чистота реактивов

Для испытаний следует применять реактивы квалификации ч. д. а. Если нет других указаний, это означает, что все реактивы должны соответствовать требованиям спецификаций Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества, где эти спецификации можно получить[1)]. Можно использовать реактивы другой квалификации при условии подтверждения, что они имеют достаточно высокую степень чистоты и их использование не снизит точность результатов определения.

7.2 Чистота воды

Если нет других указаний, используют воду, пригодную для приготовления реактивов, воду типа III по ASTM D 1193.

7.3 Уксусная кислота, ледяная

Предупреждение — Яд. Коррозионноактивна. Огнеопасна. При приеме внутрь может привести к летальному исходу. Вызывает сильные ожоги. Вредна для здоровья при вдыхании.

7.4 Бромид-бромат, стандартный раствор (0,2500 М по Br_2)

Растворяют в воде 51,0 г бромида калия (KBr) и 13,92 г бромата калия ($KBrO_3$), высушенных при температуре 105 °C (221 °F) в течение 30 мин, и доводят объем раствора до 1 $дм^3$.

7.4.1 Если бромные числа олефинов, указанных в разделе 8 и определенных с использованием данного раствора, не соответствуют установленному диапазону, или если качество первичных реактивов вызывает сомнения, рекомендуется определять молярную концентрацию раствора. Стандартизуют раствор, установленную молярную концентрацию используют в последующих вычислениях. Процедуру стандартизации раствора выполняют следующим образом.

[1)] Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификация Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, — см. Analar Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы для лабораторных химикатов), а также the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD (Фармакопея США и национальный фармакологический справочник).

7.4.2 Помещают 50 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и 1 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (**Предупреждение** — Токсична. Коррозионноактивна. При приеме внутрь может привести к летальному исходу. Жидкость и пары могут причинить серьезные ожоги. Может причинить вред здоровью при вдыхании паров; относительная плотность 1,19) в колбу вместимостью 500 $см^3$ для определения йодного числа. Охлаждают раствор в бане в течение примерно 10 мин, добавляют при постоянном перемешивании содержимого колбы (5,00 ± 0,01) $см^3$ бромид-броматного стандартного раствора из калиброванной бюретки вместимостью 10 $см^3$ со скоростью от 1 до 2 капель в секунду. Сразу после этого закрывают колбу крышкой, встряхивают содержимое, помещают снова в ледяную баню и добавляют 5 $см^3$ раствора KI по горлышку колбы. Через 5 мин извлекают колбу из ледяной бани и позволяют раствору KI стечь в колбу, медленно извлекая из нее пробку. Интенсивно встряхивают содержимое колбы, добавляют в нее 100 $см^3$ воды таким же способом для промывания пробки, горлышка и стенки колбы, затем титруют раствором тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3$). Ближе к завершению титрования добавляют 1 $см^3$ раствора индикатора крахмала и медленно титруют до исчезновения голубого окрашивания. Вычисляют молярную концентрацию бромид-броматного раствора M_1 по Br_2, используя формулу

$$M_1 = \frac{AM_2}{5 \cdot 2}, \quad (1)$$

где A — объем раствора $Na_2S_2O_3$, необходимого для титрования бромид-броматного раствора, $см^3$;

M_2 — молярная концентрация раствора $Na_2S_2O_3$;

5 — объем бромид-броматного раствора, $см^3$;

2 — число электронов, переносимых во время окислительно-восстановительного титрования бромид-бромата.

Повторяют стандартизацию раствора до тех пор, пока два последовательных определения будут отличаться от среднего значения не более чем на ± 0,002 М.

7.5 Метанол

Предупреждение — Пары токсичны. Воспламеняем. При приеме внутрь и вдыхании может вызвать слепоту или привести к летальному исходу. Невозможно перевести в безопасное состояние.

7.6 Раствор йодида калия (150 г/$дм^3$)

Растворяют 150 г йодида калия (KI) в воде и доводят объем до 1 $дм^3$.

7.7 Тиосульфат натрия, стандартный раствор (0,1 М)

Растворяют 25 г тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) в воде и добавляют 0,1 г карбоната натрия (Na_2CO_3) для стабилизации раствора. Доводят объем раствора до 1 $дм^3$ и тщательно перемешивают встряхиванием. Стандартизуют раствор по любой методике, обеспечивающей определение молярной концентрации с погрешностью не более ±0,0002 моль/$дм^3$. Стандартный раствор проверяют достаточно часто с периодичностью, позволяющей зарегистрировать изменения молярной концентрации раствора на значение, равное 0,0005 моль/$дм^3$.

7.8 Крахмальный индикаторный раствор

Растворяют 5 г порошка крахмала в 3—5 $см^3$ воды. При необходимости добавляют в качестве консерванта примерно 0,65 г салициловой кислоты. Добавляют полученную суспензию к 500 $см^3$ кипящей воды и кипятят раствор в течение 5—10 мин. Охлаждают раствор и сливают с поверхности отстоявшуюся прозрачную жидкость в стеклянные склянки с притертыми пробками. Можно использовать имеющийся в продаже раствор крахмала (также с салициловой кислотой).

7.9 Серная кислота (1:5)

Осторожно смешивают один объем концентрированной серной кислоты (H_2SO_4 с относительной плотностью 1,84) с пятью объемами воды.

Предупреждение — Токсична. Коррозионноактивна. Сильный окислитель. При контакте с органическими материалами может вызвать возгорание. При приеме внутрь может привести к летальному исходу.

7.10 Растворитель для титрования

Готовят 1 дм^3 растворителя для титрования, смешивая 714 см^3 ледяной уксусной кислоты, 134 см^3 1,1,1-трихлорэтана (или дихлорметана), 134 см^3 метанола и 18 см^3 H_2SO_4 (1:5).

7.11 1,1,1-трихлорэтан

Предупреждение — Вреден для здоровья при вдыхании. Высокие концентрации могут вызвать потерю сознания или привести к летальному исходу. Контакт с ним может вызвать раздражение кожи и дерматиты.

7.12 Дихлорметан

Предупреждение — Замена 1,1,1-трихлорэтана как реактива, разрушающего озон, т. к. его производство и импорт прекращены. Дихлорметан временно разрешен в качестве альтернативы 1,1,1-трихлорэтану до тех пор, пока не будет подобрано и одобрено заменяющее вещество.

Примечание 3 — Вместо реактивов, приготовленных в лабораторных условиях, можно использовать реактивы, имеющиеся в продаже.

8 Процедура проверки

8.1 Для исключения неточностей в процедуре испытания образцов проверяют реактивы и методику, используя свежеочищенные циклогексен или диизобутилен. (**Предупреждение — Пользователь** настоящего метода может выбрать вместо указанного растворителя 1,1,1-трихлорэтан или дихлорметан. Выбранный растворитель используют во всех процедурах — при приготовлении растворителя для титрования, для растворения образцов и для холостого опыта). Испытания проводят по разделу 9, используя 0,6 — 1,0 г свежеочищенного циклогексена или диизобутилена или 6 — 10 г раствора с массовой долей этих веществ в 1,1,1-трихлорэтане (**Предупреждение** — Воспламеняем), равной 10 % (см. таблицу 1).

Таблица 1 — Физические свойства очищенных олефинов

Вещество	Температура кипения, °С	Плотность при температуре 20 °С, г/см^3	Коэффициент преломления D при температуре 20 °С
Циклогексен	От 82,5 до 83,5 включ.	0,8100	1,4465
Диизобутилен[a)]	От 101 до 102,5	0,7175 ± 0,0015	1,4112
[a)] Только для изомера 2,2,4-триметил-1-пентен.			

8.2 Если реактивы и методика проведения испытания являются приемлемыми, полученные значения бромных чисел должны быть в диапазонах, приведенных ниже:

Стандарт	Бромное число
Циклогексен, очищенный (см. 7.4.1; 9.3 и 8.1)	187 — 199 (см. 9.5);
Циклогексен, 10 %-ный раствор	18 — 20;
Диизобутилен, очищенный (см. 7.4.1; 8.3 и 8.1)	136 — 144 (см. 9.5);
Диизобутилен, 10 %-ный раствор	13 — 15.

Эталонные олефины, дающие вышеуказанные результаты, характеризуются свойствами, приведенными в таблице 1. Теоретические бромные числа циклогексена и диизобутилена составляют 194,6 и 142,4 соответственно.

8.3 Очищенные образцы циклогексена и диизобутилена[1)] можно получить из циклогексена и диизобутилена по следующей процедуре:

8.3.1 В нижнюю часть суженной колонки длиной 760 мм, внутренним диаметром приблизительно 16 мм помещают небольшой тампон из стекловаты, засыпают 65 г активированного силикагеля зерни-

[1)] Единственным известным поставщиком циклогексена №13019 и диизобутилена №Р2125 является Eastman, Rochester, NY.

стостью 75—150 мкм (100—200 меш), подготовленного таким образом, чтобы обеспечить наименьшую степень полимеризации олефинов[1]. Можно использовать бюретку вместимостью 100 см^3 или любую колонку при отношении высоты к диаметру не менее 30:1. При наполнении силикагелем постукивают по колонке, чтобы обеспечить ее равномерное заполнение.

8.3.2 Для очистки помещают в колонку 30 см^3 олефина. Когда олефин адсорбируется силикагелем, наполняют колонку метанолом. Утилизируют первые 10 см^3 фильтрата и собирают следующие 10 см^3, которые являются очищенным олефином, готовым для определения бромного числа. Определяют и фиксируют плотность и коэффициент преломления очищенных олефинов при температуре 20 °С. Утилизируют оставшийся фильтрат.

Предупреждение — Если до очистки необходима дистилляция загрязненных олефинов, то в дистилляционную колбу следует поместить несколько таблеток гидроксида калия и провести перегонку до получения 10 % остатка для предотвращения разложения присутствующих пероксидов.

9 Проведение испытаний

9.1 Помещают 10 см^3 1,1,1-трихлорэтана в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и пипеткой вводят испытуемый образец в количестве, указанном в таблице 2. Массу веденного образца вычисляют по разности между массой колбы до и после введения образца (с точностью до 1 мг) или, если плотность известна точно, вычисляют массу образца по измеренному объему. Заполняют колбу до метки выбранным растворителем и тщательно перемешивают.

Предупреждение — Углеводороды, особенно выкипающие до температуры 205 °С (400 °F), воспламеняются.

9.1.1 Часто величина бромного числа образца неизвестна. В этом случае для получения ориентировочного значения рекомендуется провести предварительное испытание с использованием 2 г образца. Это испытание должно сопровождаться последующим определением бромного числа с использованием образца в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 — Рекомендуемая масса испытуемых образцов

Бромное число	Масса испытуемого образца, г
От 0 до 10 включ.	От 20 до 16 включ.
Св. 10 » 20 »	» 10 » 8 »
» 20 » 50 »	» 5 » 4 »
» 50 » 100 »	» 2,0 » 1,5 »
» 100 » 150 »	» 1,0 » 0,8 »
» 150 » 200 »	» 0,8 » 0,6 »

9.1.2 Объем испытуемого образца не должен превышать 20 см^3, используемый объем бромид-броматного титранта не должен превышать 10 см^3, во время испытания не должно происходить разделение титруемого продукта на фазы. Если возникает трудность при растворении испытуемых образцов высококипящих продуктов в растворителе для титрования, добавляют небольшое количество толуола.

9.2 Охлаждают сосуд для титрования до температуры от 0°С до 5 °С (32 °F—41 °F) и поддерживают эту температуру в течение всего титрования. Включают титрометр и позволяют стабилизироваться его электрической цепи.

9.3 Вводят в сосуд для титрования 110 см^3 растворителя для титрования и пипеткой добавляют аликвоту (5 см^3) раствора образца из мерной колбы вместимостью 50 см^3. Интенсивно перемешивают раствор мешалкой, избегая образования воздушных пузырьков.

9.4 Устанавливают потенциал конечной точки. Следуют инструкциям изготовителя прибора по установлению конечной точки и достижению чувствительности в цепи платинового электрода (см. 6.1).

9.5 В зависимости от аппаратуры для титрования из бюретки небольшими порциями вручную или по команде микропроцессора добавляют бромид-броматный раствор. Конечная точка титрования

[1] Единственными известными поставщиками селикагеля (код 923) являются W.R. Grace и компания Davison Chemical Division, Baltimore, MD 21203.

достигается, когда потенциал достигнет ранее заданного значения (см. 9.4) и будет сохраняться не менее 30 с.

9.6 Холостой опыт

Для каждой партии растворителя для титрования дважды проводят холостое титрование по 9.3—9.5, вводя вместо аликвоты образца 5 $см^3$ выбранного растворителя для титрования (1,1,1-трихлорэтана или дихлорметана). На титрование должно быть израсходовано не более 0,1 $см^3$ бромид-броматного раствора. Если на титрование было израсходовано более 0,1 $см^3$ бромид-броматного раствора, готовят свежий растворитель для титрования и свежие реактивы и повторяют испытание.

10 Вычисления

10.1 Вычисляют бромное число по формуле

$$\text{Бромное число} = \frac{(A - B)(M_1)(15{,}98)}{W}, \quad (2)$$

где A — объем бромид-броматного раствора, который требуется для титрования аликвотной части испытуемого раствора, $см^3$;

B — объем бромид-броматного раствора, который требуется для титрования холостого опыта, $см^3$;

M_1 — молярная концентрация брома в растворе бромид-бромата;

15,98 — коэффициент пересчета массы брома в граммах на 100 г образца, учитывающий молекулярную массу брома (Br_2) и пересчет $см^3$ в $дм^3$;

W — масса использованной аликвотной части образца, г.

11 Прецизионность и смещение[1)]

11.1 Прецизионность настоящего метода была определена статистической обработкой результатов межлабораторных исследований.

11.1.1 Повторяемость (сходимость)

Расхождение результатов двух независимых последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании при постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении настоящего метода, может превышать приведенные ниже значения только в одном случае из 20:

- нефтяные дистилляты:

90 % отгона получено при температуре не выше 205 °С $r = 0{,}11\ (X^{0{,}70})$; (3)

90 % отгона получено при температуре от 205 °С до 327 °С $r = 0{,}11\ (X^{0{,}67})$, (4)

где X — среднеарифметическое значение бромного числа испытуемых образцов;

- товарные олефины:

$$r = 3. \quad (5)$$

11.1.2 Воспроизводимость

Расхождение результатов независимых единичных испытаний, полученных при использовании настоящего метода на идентичном испытуемом материале разными операторами, работающими в разных лабораториях, при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать приведенные ниже значения только в одном случае из 20:

- нефтяные дистилляты:

90 % отгона получено при температуре не выше 205 °С $R = 0{,}72\ (X^{0{,}70})$; (6)

90 % отгона получено при температуре от 205 °С до 327 °С $R = 0{,}78\ (X^{0{,}67})$, (7)

где X — среднее значение бромного числа испытуемых образцов;

[1)] Дополнительные данные (результаты круговых испытаний и статистический анализ для продуктов, 90% которых выкипает при температуре 205 °С) можно получить при запросе Исследовательского отчета RR: D02-1290.

- товарные олефины[1)]:

$$R = 12. \quad (8)$$

11.2 Смещение

Процедура измерения бромного числа не имеет смещения (отклонения), т. к. значение бромного числа может быть определено только в условиях данного метода испытания.

Примечание 4 — Прецизионность настоящего метода испытания была установлена с использованием 1,1,1-трихлорэтана в качестве растворителя образца и как компонента растворителя для титрования. Информация о применении дихлорметана вместо 1,1,1-трихлорэтана для установления прецизионности отсутствует.

[1)] Предварительное значение, полученное из ограниченного количества данных.

Приложение А1
(обязательное)

Бромное число различных соединений, определенное электрометрическим титрованием

А1.1 Технически бромное число представляет собой массу брома, г, реагирующего со 100 г испытуемого образца в определенных условиях. В соответствии с этим определением бром будет расходоваться в реакциях присоединения, замещения и окисления веществ, содержащих серу, азот и кислород, которые вносят свой вклад в значение бромного числа. Использование бромного числа для оценки ненасыщенности олефинов основано на том, что реакция присоединения протекает быстро и полностью почти в любых условиях. Реакции присоединения брома протекают быстро при температурах ниже 0°С. Понижение температуры реакции, уменьшение времени контакта и концентрации свободного брома замедляют реакции замещения и окисления. На скорость реакций оказывают воздействие такие факторы, как растворитель, скорость перемешивания, время пребывания на свету.

А1.2 Опытным путем доказано, что ни при каких условиях проведения испытания невозможно полностью исключить побочные реакции. В связи с этим условия определений бромного числа обычно выбирают эмпирически путем получения приемлемых результатов с представительными веществами.

А1.3 Возможность одновременного протекания нескольких реакций и разное поведение веществ в присутствии брома вносят элемент неопределенности в процесс интерпретации результатов испытаний. Информация о составе анализируемых веществ и их реакции на бром значительно снижает возможность неверных толкований результатов испытания.

А1.4 С помощью электрометрического определения бромного числа были получены данные для многих углеводородов нефти и некоторых неуглеводородных материалов, связанных с продуктами переработки нефти. Данные, полученные в результате совместных исследований, приведены в таблице А1.1.

А1.5 Настоящая информация может служить справочным руководством при интерпретации бромного числа нефтепродуктов. Учитывая неполноту представленных ниже данных, предполагается, что эти данные будут пополнены в ходе дальнейших исследований, проводимых в разных сотрудничающих лабораториях.

Таблица А1.1 — Значения бромных чисел, определенные методом электрометрического титрования

Соединение	Чистота, %[1)]	Бромное число		
		теоретическое	экспериментальное	отклонение
Парафины (насыщенные углеводороды)				
Гексан	99,96[2)]	0,0	0,0	0,0
2-Метилгексан	99,88	0,0	0,0	0,1
Гептан	[3)]	0,0	0,1	+0,1
Октан	99,94	0,0	0,0	0,0
2,2,4-Триметилпентан	99,96	0,0	0,1	+0,1
Олефины с прямой цепью				
1-Пентен	99,7	228,0	208	–20
транс-2-Пентен	99,91	228,0	235	+7
1-Гексен	99,80	189,9	181	–9
цис-2-Гексен	99,83	189,9	189	–1
транс-2-Гексен	99,87	189,9	189	–1
цис-3-Гексен	99,94	189,9	193	+3
транс-3-Гексен	—	189,9	191,4	+1,5
1-Гептен	99,8	162,8	136	–27
транс-2-Гептен	99,85	162,8	163	0,0

Продолжение таблицы А1.1

Соединение	Чистота, %[1)]	Бромное число		
		теоретическое	экспериментальное	отклонение
транс-3-Гептен	99,80	162,8	163	0,0
1-Октен	99,7	142,4	132	–10
2-Октен	—	142,4	139	–3
транс-4-Октен	99,84	142,4	149	+7
1-Децен	99,89	114,1	111,4	–2,7
1-Додецен	99,9	95,1	82,9	–12,2
1-Тридецен	99,8	87,7	81,4	–6,3
1-Тетрадецен	99,7	81,4	70,8	–10,6
1-Пентадецен	99,8	76,0	62,9	–13,1
1-Гексадецен	99,84	71,2	62,8	–8,4
1-Тридецен	99,8	87,7	81,4	–6,3
1-Тетрадецен	99,7	81,4	70,8	–10,6
1-Пентадецен	99,8	76,0	62,9	–13,1
1-Гексадецен	99,84	71,2	62,8	–8,4
Олефины с разветвленной цепью				
2-Метил-1-бутен	99,90	228,0	231,8	+3,8
2-Метил-2-бутен	99,94	228,0	235	7
2,3-Диметил-1-бутен	99,86	189,9	194	+4
3,3-Диметил-1-бутен	99,91	189,9	167	–23
2-Этил-1-бутен	99,90	189,9	198	+8
2,3-Диметил-2-бутен	99,90	189,9	191	+1
2-Метил-1-пентен	99,92	189,9	182	–8
3-Метил-1-пентен	99,70	189,9	152	–38
4-Метил-1-пентен	99,82	189,9	176	–14
2-Метил-2-пентен	99,91	189,9	190	0
3-Метил-цис-2-пентен	99,85	189,9	193,7	+3,8
3-Метил-транс-2-пентен	99,86	189,9	191	+1
4-Метил-цис-2-пентен	99,92	189,9	190	0
4-Метил-транс-2-пентен	99,75	189,9	190	0
2,3,3-Триметил-1-бутен	99,94	162,8	161	–2
3-Метил-2-этил-1-бутен	99,8	162,8	165,4	+2,6
2,3-Диметил-1-пентен	99,80	162,8	158,5	–4,3
2,4-Диметил-1-пентен	99,87	162,8	152,8	–10,0
2,3-Диметил-2-пентен	99,6	162,8	162,3	–0,5

Продолжение таблицы А1.1

Соединение	Чистота, %[1)]	Бромное число		
		теоретическое	экспериментальное	отклонение
4,4-Диметил-цис-2-пентен	99,79	162,8	159	–4
4,4-Диметил-транс-2-пентен	99,91	162,8	158	–5
3-Этил-1-пентен	99,85	162,8	173,1	+10,3
3-Этил-2-пентен	99,80	162,8	165	+2
2-Метил-1-гексен	99,88	162,8	161	–2
5-Метил-1-гексен	99,80	162,8	154	–9
3-Метил-*цис*-2-гексен	99,8	162,8	163,6	+0,8
2-Метил-*транс*-3-гексен	99,8	162,8	163,4	+0,6
2-Метил-3-этил-1-пентен	99,81	142,4	139,8	–2,6
2,4,4-Триметил-1-пентен	99,91	142,4	137,0	–5,4
2,4,4-Триметил-2-пентен	99,92	142,4	141,2	–1,2
Диизобутен	[4)]	142,4	139,8[4)]	–2,6
2-Этил-1-гексен	[5)]	142,4	140,2	–2,2
2,3-Диметил-2-гексен	99,71	142,4	143	+1
2,5-Диметил-2-гексен	99,8	142,4	142,8	+0,4
2,2-Диметил-*транс*-3-гексен	99,80	142,4	139	–3
Триизобутен	99,0[6)]	95	57,5	–37,5
Несопряженные циклические диолефины				
4-Этинил-1-циклогексен (4-винил-1-циклогексен)	99,90	295,5	210[6)]	–85
ди-1,8(9)-*п*-Ментадиен (дипентен)	98—100[7)]	234,6	225,2	(–9,4)
Сопряженные диолефины				
2-Метил-1,3-бутадиен (изопрен)	99,96	470	235,7	–234
цис-1,3-Пентадиен	99,92	470	285,3	–185
транс-1,3-Пентадиен	99,92	470	234	–236
2-Метил-1,3-пентадиен	95+[9)]	389	197,3	–192
2,3-Диметил-1,3-бутадиен	99,93	389	186,1	–203
Несопряженные диолефины				
1,2-Пентадиен	99,66	470	230	–240
1,4-Пентадиен	99,93	470	185	–285
2,3-Пентадиен	99,85	470	227	–243
1,5-Гексадиен	99,89	389	352	–37
Ароматические углеводороды с ненасыщенными боковыми цепями				
Фенилэтилен (стирол)	[10)]	153,4	123,6	–29,8
Метилфенилэтилен (α-метил-стирол)	[10)]	135,3	133,2	–2,1

Продолжение таблицы А1.1

Соединение	Чистота, %[1)]	Бромное число		
		теоретическое	экспериментальное	отклонение
Амилбензол	97,8[11)]	135,2	0,0	135,2
Циклические олефины				
Циклопентен	99,97	234,6	237	+2
Циклогексен	99,98	194,64	193,2	–1,4
Циклогексен	[4)]	194,6	192,8[4)]	–1,8
1-Метилциклопентен	99,86	194,6	209	+14
1-Метилциклогексен	99,82	166	162	–4
Этенилциклопентан (винилциклопентан)	99,91[11)]	166	164	–2
Этилиденциклопентан	99,96	166,2	167,7	+1,5
1,2-Диметилциклогексен	99,94	145,0	150,9	+5,9
3-Циклопентил-1-пропен	99,87	145,0	140,9	–4,1
Этилиденциклогексан	99,86	145,0	147,0	+2,0
Этенилциклогексан (винилциклогексан)	99,95	145	139	–6,0
1-Этилциклогексен	99,83	145	146,6	+1,6
Инден	—	137,7	134	–4,0
Ароматические моноциклические углеводороды				
Бензол	99,98	0,0	0,1	+0,1
Толуол	99,97	0,0	0,1	+0,1
о-Ксилол	99+[12)]	0,0	0,0	0,0
м-Ксилол	99+[12)]	0,0	0,0	0,0
п-Ксилол	99+[12)]	0,0	0,0	0,0
Изопропилбензол (кумол)	99,95	0,0	0,0	0,0
1,2,4-Триметилбензол (псевдокумол)	99,67	0,0	0,0	0,0
1,3,5-Триметилбензол (мезитилен)	[13)]	0,0	0,3	+0,3
1,3-Диметил-4-этилбензол	99,9	0,0	0,0	0,0
1,2,4,5-Тетраметилбензол (дурол)	99,86	0,0	0,1	+0,1
1,2,3,5-Тетраметил бензол (изодурол)	[13)]	0,0	0,3	+0,3
трет-Бутилбензол	99,73[2)]	0,0	0,0	0,0
трет-Амилбензол	[6)]	0,0	0,7	+0,7
Ароматические бициклические соединения				
Фенилбензол (Бифенил)	[13)]	0,0	0,0	0,0
Нафталин	99,96	0,0	0,0	0,0
1,2,2,4-тетрагидронафталин (тетралин)	99,9	0,0	0,2	+0,2
1-Метилнафталин	99,78	0,0	0,0	0,0

Продолжение таблицы А1.1

Соединение	Чистота, %[1)]	Бромное число		
		теоретическое	экспериментальное	отклонение
2-Метилнафталин	99,91	0,0	0,0	0,0
2,3-Дигидроинден (индан)	99,9	0,0	0,0	0,0
Циклогексилбензол	99,93	0,0	0,0	0,0
Ароматические полициклические соединения				
Антрацен	[13)]	0,0	11,8	+11,8
Фенантрен	[13)]	0,0	3,9	+3,9
Циклопарафины				
Метилциклопентан	99,99[2)]	0,0	0,0	0,0
Метилциклогексан	99,97	0,0	0,0	0,0
Изопропилциклопентан	99,8	0,0	0,0	0,0
цис-гексагидроиндан (*цис*-гидриндан)	99,94	0,0	0,0	0,0
транс-гексагидроиндан (*транс*-гидриндан)	99,71	0,0	0,0	0,0
трет-бутилциклогексан	99,95	0,0	0,0	0,0
Циклопентилциклопентан	99,95	0,0	0,0	0,0
цис-Декагидронафталин (цис-декалин)	98+[9)]	0,0	0,11	+0,11
транс-Декагидронафталин (*транс*-декалин)	98+[9)]	0,0	1,64	+1,64
Соединения, содержащие серу				
Этанэтиол (этилмеркаптан)	99,95	0,0	209	+209
3-Тиапентан (этилсульфид)	99,94	0,0	184	+184
2,3-Дитиабутан (метилсульфид)	99,97	0,0	1,1	+1,1
Тиациклобутан (триметилен сульфид)	99,95	0,0	214	+214
Тиофен	99,99	0,0	0,4	+0,4
Тиациклопентан (тетрагидротиофен)	99,95	0,0	183	+183
3,4-Дитиагексан (диэтилсульфид)	99,90	0,0	0,4	+0,4
2-Метил-2-пропанэтиол (*трет*-бутил-меркаптан)	99,92	0,0	141	+141
1-Пентаэтиол (амилмер-каптан)	99,92	0,0	83	+83
Соединения, содержащие азот				
Бром	99,85	0,0	11,8	+11,8
Йод	[14)]	0,0	1,4	+1,4
2-Метилпиридин	99,90	0,0	0,9	+0,9
4-Метилпиридин	99+[15)]	0,0	1,7	+1,7
2,4,6-Триметилпиридин	99+[15)]	0,0	2,7	+2,7
2-(5-Нонил)-пиридин	[13)]	0,0	1,4	+1,4
Пиррол	99,99	0,0	873	+873

Окончание таблицы А1.1

Соединение	Чистота, %[1]	Бромное число		
		теоретическое	экспериментальное	отклонение
2-Метилпиррол	98+[14]	0,0	708	+708
2,4-Диметилпиррол	98+[14]	0,0	484	+484
2,5-Диметилпиррол	99,9[16]	0,0	869	+869
2,4-Диметил-3-этилпиррол	98+[14]	0,0	248	+248
1-Бутил-1(1)-пиррол	98+[14]	0,0	472	+472
Содержащие кислород соединения				
Ацетон	[15]	0,0	0,0	0,0
Метилэтилкетон	[18]	0,0	0,0	0,0
Другие				
Этаноламин	[13]	0,0	1,5	+5
Этилен дихлорид	[15]	0,0	0,0	0,0
Этилен дибромид	[15]	0,0	0,0	0,0
Тетраэтилсвинец (ТЭС)	[19]	(49,5)[20]	52,7	(+3,2)
Тетраметилсвинец (ТМС)	[19]	(59,8)[20]	62,6	(+2,8)
АК 33Х	[19]	(73,4)[20]	0,6	(–72,8)
«Этил» оранжевый	[19]	—	0,0	—

[1] Если нет других указаний, стандартные образцы API.
[2] Продукт компании Филлипс, ч. д. а.
[3] Продукт компании Филлипс, ч. д. а., дистиллированный, очищенный силикагелем.
[4] Средние значения, полученные в сентябре 1957 г., по образцам очищенных продуктов компании Eastma, по программе сотрудничества.
[5] Dow Research Chemical.
[6] Чистота не установлена.
[7] Приблизительное значение.
[8] Компания Hercules Inc., экспериментальный образец.
[9] Получены от Penn State University.
[10] Продукт компании Eastman, с белой этикеткой, дистиллированный перед использованием при давлении 50 мм.
[11] Химикаты М, С и В. Чистота определена с помощью ГХ, примеси не идентифицированы.
[12] Продукт компании Филлипс, ч. д. а.
[13] Продукт компании Eastman, белая этикетка.
[14] Образцы, поставленные API, в рамках проекта 52.
[15] Чистота определена по спектральным исследованиям и по ГЖХ.
[16] Чистота определена по температуре замерзания.
[17] Химикаты А и В (номер по каталогу 1004).
[18] Химикаты М, С и В (номер по каталогу 2609).
[19] Продукт компании Ethil Corporation.
[20] Значение, вычисленное на основании реакции одного моля брома с металлоорганическим соединением.

Приложение А2
(обязательное)

Вычисление содержания олефинов

А2.1 Область применения

А2.1.1 Настоящая процедура предназначена для вычисления по бромному числу содержания олефинов (% об.) в образцах прямогонных бензинов риформинга, крекинга и товарных бензинов, 90 % которых перегоняются при температуре не выше 200 °С (392 °F); а также в образцах турбинного топлива, керосина и других продуктов, выкипающих при температуре не выше 315 °С (600 °F), имеющих бромное число не более 20.

А2.1.2 Настоящая процедура не предназначена для анализа чистых или близких к чистым смесей синтетических олефинов с диапазоном температуры кипения не более 14 °С (25 °F).

А2.1.3 Соединения, содержащие более 1 % серы, азота или кислорода, снижают точность вычисления (см. примечание А2.1).

А2.2 Вычисление

А2.2.1 Бромное число определяют в соответствии с настоящим методом испытаний.

Примечание А2.1 — Информация о типах соединений, которые могут вызвать получение аномальных данных при определении бромного числа, приведена в приложении А1. При анализе некоторых образцов, имеющих высокую концентрацию определенных типов углеводородов, следует проявлять осторожность при интерпретации результатов определения бромного числа.

А2.2.2 Вычисляют концентрацию олефинов по бромному числу по формуле

$$\text{Олефины, \% масс.} = \int BM/160, \qquad (A2.1)$$

где $\int$ — поправка на пределы выкипания (см. рисунок А2.1 и таблицу А2.1);

B — бромное число, грамм брома на 100 граммов образца;

M — молекулярный вес (относительная молекулярная масса) олефинов (см. таблицу А2.2).

Примечание А2.2 — Поправку на пределы выкипания используют для крекинговых нафтенов, поскольку эмпирически установлено, что содержание олефинов (% об.) выше во фракциях с более низкими температурами кипения, и эти олефины также имеют более низкую молекулярную массу (молекулярный вес).



Рисунок А2.1 — Поправка на пределы выкипания

Таблица А2.1 — Поправка на пределы выкипания для олефинов

Поправка на пределы выкипания	Пределы выкипания, °С (°F), от температуры начала кипения до температуры конца кипения (см. ASTM D 86)
1,00	0 (0)
0,975	7 (13)

Окончание таблицы А2.1

Поправка на пределы выкипания	Пределы выкипания, °С (°F), от температуры начала кипения до температуры конца кипения (см. ASTM D 86)
0,950	14 (25)
0,925	21 (38)
0,900	28 (50)
0,875	38 (68)
0,850	43 (78)
0,825	53 (95)
0,800	62 (112)
0,775	72 (130)
0,750	95 (152)
0,725	99 (178)
0,700	125 и более (225)

Таблица А2.2 — Средняя молекулярная масса (молекулярный вес) в зависимости от температуры 50 % отгона по ASTM D 86

Температура выкипания 50 % отгона, °С (°F)	Средний молекулярный вес олефинов
38 (100)	72
66 (150)	83
93 (200)	96
121 (250)	110
149 (300)	127
177 (350)	145
204 (400)	164
232 (450)	186

А2.2.3 Определяют среднюю плотность олефинов, используя температуру выкипания 50 % отгона (см. ASTM D 86) и график, приведенный на рисунке А2.2. Умножают содержание олефинов (% масс.), вычисленное по А2.2.2, на отношение плотности исходного образца к плотности олефинов для получения содержания олефинов (% об.) по формуле

$$\text{Олефины, \% об.} = (A/B)\,C, \qquad (A2.2)$$

где A — плотность образца, г/см^3;

B — средняя плотность олефинов, г/см^3;

C — содержание олефинов, % масс.

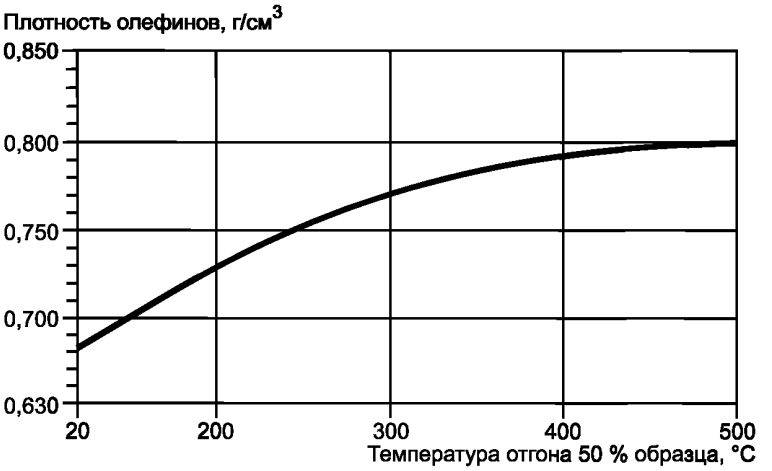

Рисунок А2.2 —Отношение плотности к температуре отгона 50 % образца

А2.3 Прецизионность

А2.3.1 Прецизионность настоящего метода установлена при статистической обработке результатов межлабораторных исследований.

А2.3.1.1 Повторяемость *r*

Расхождение результатов последовательных испытаний, полученных одним и тем же оператором на одном и том же аппарате, в постоянных рабочих условиях, на идентичных испытуемых материалах при нормальном и правильном выполнении метода в течение длительного времени, может превышать приведенные ниже значения только в одном случае из 20:

Прямогонные топлива (не более 1 % об. олефинов)	Крекинговые бензины (от 1% об. до 25 % об. олефинов)
0,2	0,6

А2.3.1.2 Воспроизводимость *R*

Расхождение двух единичных и независимых результатов испытаний, полученных разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода в течение длительного времени, может превышать приведенные ниже значения только в одном случае из 20:

Прямогонные топлива (не более 1 % об. олефинов)	Крекинговые бензины (от 1% об. до 25 % об. олефинов)
0,4	3

А2.3.2 Смещение

Процедура определения содержания олефинов не имеет смещения, поскольку получаемое значение может быть определено только по настоящему методу испытаний.

Примечание А2.3 — В отчете RR: D02-1007 прецизионность настоящего метода испытаний отсутствует.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам ASTM

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM D 86—12 Метод определения дистилляции нефтепродуктов при атмосферном давлении	—	*
ASTM D 1193—11 Спецификации на воду-реактив	—	*
ASTM D 1492—13 Метод определения бромного индекса ароматических углеводородов кулонометрическим титрованием	—	*
ASTM D 2710—13 Метод определения бромного индекса нефтяных углеводородов электрометрическим титрованием	—	*
ASTM D 5776—14 Метод определения бромного индекса ароматических углеводородов электрометрическим титрованием	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта ASTM.		

УДК 665.73/.75:543.632.572.2:543.554.4:006.354 МКС 75.080 IDT

Ключевые слова: нефтяные дистилляты, товарные алифатические олефины, бромное число, электрометрическое титрование

Редактор *О.А. Стояновская*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 29.03.2016. Подписано в печать 04.04.2016. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,35. Тираж 36 экз. Зак. 929.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru