ГОСТ 28960—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТ ФУРФУРИЛОВЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 3—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 547.722.1'261:006.354 Группа Л21

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СПИРТ ФУРФУРИЛОВЫЙ

Технические условия

Furfuril alcohol. Specifications

ГОСТ 28960—91

МКС 71.080.60
ОКП 92 9162 0004

Дата введения 01.07.92

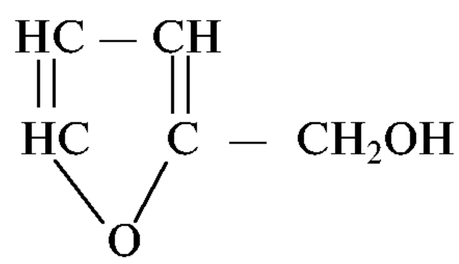
Настоящий стандарт распространяется на фурфуриловый спирт, получаемый каталитическим гидрированием технического фурфурола.

Фурфуриловый спирт используется в производстве карбамидо-фурановых и феноло-фурановых смол, лаков антикоррозионного назначения, а также в литейном производстве.

Формулы:

эмпирическая $C_5H_6O_2$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 98,10.

Требования настоящего стандарта, кроме требований к точке помутнения, являются обязательными.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Фурфуриловый спирт должен изготовляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям фурфуриловый спирт должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма	Метод анализа
1. Внешний вид	Прозрачная однородная жидкость от бесцветного или желтоватого цвета до темно-коричневого	По п. 4.3
2. Массовая доля фурфурилового спирта, %, не менее	98,5	По п. 4.4
3. Массовая доля фурфурола, %, не более	0,6	По п. 4.4
4. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,03	По п. 4.5

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Продолжение

Наименование показателя	Норма	Метод анализа
5. Растворимость в воде (свежеперегнанного спирта)	Полная	По п. 4.6
6. Плотность при 20 °С, г/см^3	1,130—1,135	По п. 4.7
7. Показатель преломления (η_D^{20})	1,4850—1,4875	По ГОСТ 18995.2
8. Точка помутнения, °С, не более	10,0	По п. 4.8

Примечания:

1. Внешний вид фурфурилового спирта и массовую долю кислот определяют на момент отгрузки.
2. Определение показателя 8 проводят по требованию потребителя.
3. Допускается в течение гарантийного срока хранения для фурфурилового спирта со сроком хранения 1 год увеличение нормы массовой доли кислот не более 0,3 %.

1.3. Упаковка

1.3.1. Фурфуриловый спирт заливают в чистые сухие стальные сварные бочки типа 1 по ГОСТ 6247 вместимостью 200 или 275 дм^3 или типа 1 по ГОСТ 13950 вместимостью 200 дм^3.

Бочки с продуктом должны быть герметично закрыты и опломбированы.

1.3.2. Степень заполнения тары вычисляют с учетом полного использования их вместимости и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

1.3.3. Для пакетирования бочек с продуктом применяют плоские поддоны размером 800 × × 1200 мм по ГОСТ 9557 и ГОСТ 9078 и средства скрепления по ГОСТ 21650. Формирование пакетов — по ГОСТ 26663.

При укрупнении грузовых мест в транспортные пакеты схемы пакетирования согласовываются в установленном порядке.

1.4. Маркировка

1.4.1. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

1.4.2. На каждую бочку с продуктом наносят следующие данные, характеризующие продукцию:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии;

массу брутто и нетто;

дату изготовления;

знак опасности по ГОСТ 19433, классификационный шифр 6161, черт. 6а, серийный номер ООН 2874;

обозначение настоящего стандарта;

гарантийный срок хранения.

1.4.3. При перевозке фурфурилового спирта автотранспортом в таре потребителя маркировку тары осуществляет потребитель.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Фурфуриловый спирт — горючая жидкость. Температура кипения 170 °С, температура вспышки 74 °С, температура самовоспламенения 400 °С, нижний температурный предел воспламенения 61 °С, верхний 117 °С, нижний концентрационный предел воспламенения 1,8 %, верхний 16,3 %. Температура плавления минус 29 °С. При контакте с концентрированными минеральными, сильными органическими кислотами, щелочами и кислотами Льюиса фурфуриловый спирт способен к взрывной полимеризации.

Температуру вспышки и самовоспламенения определяют по ГОСТ 12.1.044.

2.2. Предельно допустимая концентрация фурфурилового спирта в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 0,5 мг/м^3. Спирт относится к 2-му классу опасности по ГОСТ 12.1.005. Пары фурфурилового спирта в воздухе рабочей зоны определяются газохроматографическим методом.

Контроль за содержанием фурфурилового спирта в воздухе рабочей зоны должен осуществляться периодически согласно ГОСТ 12.1.005 для веществ 2-го класса опасности.

2.3. Производственный персонал должен быть обеспечен специальной одеждой и индивидуальными средствами защиты (фильтрующий противогаз марки А, респираторы ШБ-1 «Лепесток» Ф-62Ш или У-2К по ГОСТ 12.4.028).

2.4. Производственные помещения, в которых проводят работы с фурфуриловым спиртом, должны быть оборудованы обменной приточно-вытяжной и местной вытяжной вентиляцией.

Класс взрывоопасных и пожароопасных зон определяется в соответствии с категорией по ПУЭ-85.

2.5. Средства пожаротушения: распыленная вода, песок, асбестовое одеяло, огнетушитель ОП-5, а также порошковые и газовые огнетушители.

2.6. Защита окружающей среды должна быть обеспечена герметизацией технологического оборудования и транспортной тары, устройством вентиляционных отсосов в местах возможного выделения продукта, обработкой загрязненных сточных вод на очистных сооружениях.

3. ПРИЕМКА

3.1. Фурфуриловый спирт принимают партиями. Партией считают любое количество продукта, однородного по своим качественным показателям, отправляемого в один адрес и сопровождаемого одним документом о качестве.

При отгрузке фурфурилового спирта в железнодорожных цистернах каждую цистерну принимают за партию.

3.2. Документ о качестве должен содержать:

наименование организации, в систему которой входит предприятие-изготовитель;

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии, количество мест в партии;

массу брутто (для бочек) и нетто;

дату изготовления;

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

номер документа о качестве;

дату выдачи документа о качестве;

обозначение настоящего стандарта.

3.3. Объем выборки продукта, упакованного в бочки, — 10 % от партии, но не менее трех упаковочных единиц, если партия состоит менее чем из 30 бочек.

3.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ на удвоенной выборке или удвоенном количестве проб из цистерны.

Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб

4.1.1. Точечные пробы из бочек отбирают по ГОСТ 2517.

Точечные пробы из цистерн отбирают пробоотборником из трех слоев по высоте цистерны (верхнего, среднего, нижнего).

Точечные пробы из бочек отбирают чистой стеклянной трубкой с оттянутым концом диаметром 10—15 мм, погружая ее до дна.

Объем точечной пробы должен быть не менее 200 $см^3$.

4.1.2. Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают, от полученной объединенной пробы отбирают среднюю пробу объемом не менее 500 $см^3$ и помещают ее в две чистые сухие плотно закрывающиеся склянки. На склянки наклеивают этикетки с наименованием продукта, номером партии, датой изготовления продукта и датой отбора пробы, наименованием стандарта, с фамилией пробоотборщика. Одну склянку передают в лабораторию для проведения анализа, другую хранят один месяц на случай возникновения разногласий в оценке качества продукта.

4.2. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается применять аппаратуру с техническими и метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200.

4.3. Внешний вид определяют визуально. 100 см^3 анализируемого продукта помещают в цилиндр из бесцветного стекла по ГОСТ 1770 и рассматривают его в проходящем свете. Фурфуриловый спирт должен быть прозрачным, от бесцветного или желтоватого цвета до темно-коричневого без осадка и посторонних примесей.

4.4. Определение массовой доли фурфурилового спирта и фурфурола

4.4.1. Средства измерений, аппаратура, реактивы, растворы

Хроматограф типа ЛХМ-80.

Детектор по теплопроводности.

Колонки газохроматографические, изготовленные из нержавеющей стали, внутренним диаметром 3—4 мм, длиной (2—2,5) м (2 шт.).

Носитель твердый — полихром-1 с частицами размером 0,25—0,5 или 0,5—1 мм, или хромосорб W, или готовая насадка хроматон N—AW—DMCS (фракции 0,200—0,250 мм) + 10 % карбовакса 20М.

Фаза жидкая неподвижная — полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА) или диэтиленгликольадипинат П-9а.

Газ-носитель — гелий газообразный очищенный марки А или В по ТУ 51—940—80.

Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147.

Баня водяная.

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающий поддержание температуры в пределах (100 ± 2) °С.

Стаканчик для взвешивания ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—250 по ГОСТ 1770.

Интегратор электронный или лупа измерительная по ГОСТ 25706 с ценой деления шкалы 0,2 мм или лупа измерительная с четырехкратным увеличением.

Секундомер типа С-1.

Микрошприц типа МШ-10М.

Линейка измерительная с ценой деления 1 мм.

4.4.2. Подготовка к анализу

4.4.2.1. Приготовление насадки

а) Полихром 1 + 10 % ПЭГА

Навеску ПЭГА массой, составляющей 10 % от массы твердого носителя, помещают в выпарительную чашку и растворяют в 150—200 см^3 ацетона. Затем при постоянном помешивании в раствор насыпают полихром 1. Объем растворителя должен быть таким, чтобы весь твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы. Избыток растворителя удаляют нагреванием на водяной бане или естественным самоиспарением в вытяжном шкафу при комнатной температуре, непрерывно помешивая.

Масса насадки для заполнения колонок должна быть 20—30 г.

б) Хромосорб W + (15—20) % диэтиленгликольадипината П-9а.

Навеску диэтиленгликольадипината П-9а массой, составляющей 15—20 % от массы твердого носителя, помещают в выпарительную чашку и растворяют в 150—200 см^3 ацетона. Затем при непрерывном помешивании в раствор добавляют хромосорб W. Избыток растворителя удаляют нагреванием на водяной бане в вытяжном шкафу при непрерывном помешивании до воздушно-сухого состояния, затем в сушильном шкафу при температуре (100 ± 2) °С в течение 2—3 ч.

Масса насадки должна быть 20—30 г.

4.4.2.2. Заполнение хроматографических колонок

Приготовленной насадкой заполняют чистые сухие хроматографические колонки. Концы заполненных колонок закрывают стекловатой или асбестом. Готовые к работе колонки помещают в термостат хроматографа и продувают гелием в течение нескольких часов (при температуре 130—150 °С), постепенно поднимая температуру до значения, на 20—30° превышающую рабочую.

Продувку колонок считают законченной, если на ленте самописца хроматографа при максимальной чувствительности (1:1) наблюдается стабильная нулевая линия.

4.4.2.3. Условия анализа

Пуск и вывод прибора на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к хроматографу.

Хроматограммы снимают при условиях, указанных ниже:

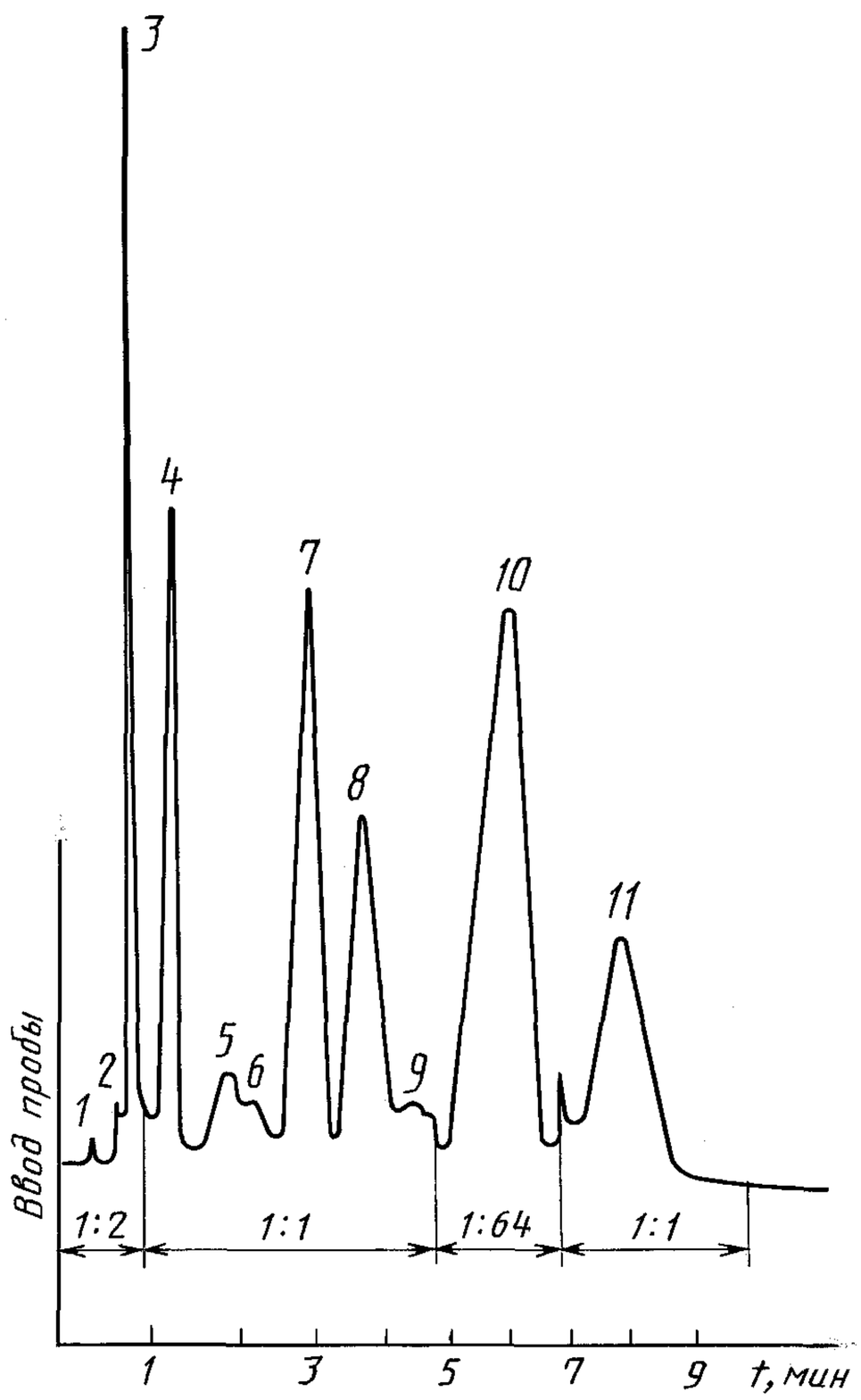
Температура:	
испарителя	200—230 °С
колонок	130—150 °С
детектора	150—180 °С
Ток моста детектора	100—250 мА
Скорость диаграммной ленты	600—2400 мм/ч
Расход газа-носителя на выходе из колонки	40—80 $см^3$/мин
Продолжительность анализа	10—30 мин

4.4.3. Проведение анализа

При установившемся режиме в испаритель хроматографа микрошприцем вводят пробу анализируемого продукта 2—8 $мм^3$.

Порядок выхода компонентов смеси на хроматограмме следующий: фуран, сильван, вода, *н*-амиловый спирт, метилтетрагидрофурфуриловый спирт, фурфурол, тетрагидрофурфуриловый спирт, дифурилметан, метилфурфурол, фурфуриловый спирт, метилфурфуриловый спирт, 1,2-пентандиол. Типовые хроматограммы фурфурилового спирта приведены на черт. 1 и 2.

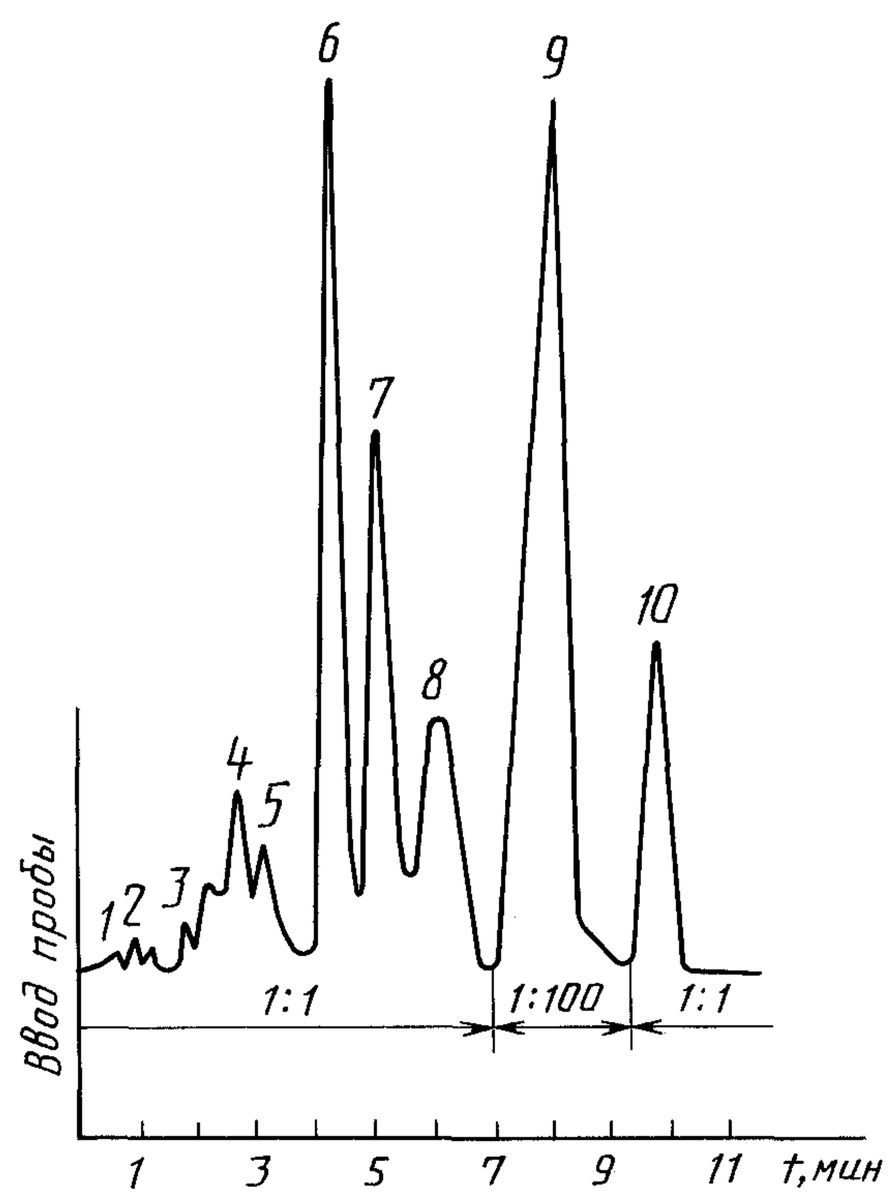
Типовая хроматограмма фурфурилового спирта при применении полихрома 1 + 10 % ПЭГА



1 — фуран; *2* — сильван; *3* — вода: *4* — *н*-амиловый спирт; *5* — метилтетрагидрофурфуриловый спирт; *6* — неидентифицированная примесь; *7* — фурфурол; *8* — тетрагидрофурфуриловый спирт; *9* — метилфурфурол; *10* — фурфуриловый спирт; *11* — метилфурфуриловый спирт

Черт. 1

Типовая хроматограмма фурфурилового спирта при применении хромосорба *W* + (15—20) % П-9а



1 — фуран; *2* — сильван; *3* — вода; *4* — *н*-амиловый спирт; *5* — метилтетрагидрофурфуриловый спирт; *6* — фурфурол; *7* — тетрагидрофурфуриловый спирт; *8* — метилфурфурол; *9* — фурфуриловый спирт; *10* — метилфурфуриловый спирт

Черт. 2

4.4.4. Обработка результатов

4.4.4.1. Массовую долю фурфурилового спирта и фурфурола (X_i) в процентах определяют методом внутренней нормализации площадей и вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i}{\sum\limits_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i} \cdot 100, \qquad (1)$$

где S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2;

K_i — относительный поправочный коэффициент определяемого компонента;

$\sum\limits_{i=1}^{n} S_i \cdot K_i$ — сумма произведений площади пика на соответствующий поправочный коэффициент каждого компонента, входящего в анализируемый продукт, мм^2.

Поправочные коэффициенты для всех компонентов смеси принимаются равными единице.

4.4.4.2. Площадь пика каждого компонента анализируемого продукта (S_i) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot a_i \cdot b, \qquad (2)$$

где h_i — высота пика, мм;

a_i — ширина пика, измеренная на половине его высоты, мм;

b — чувствительность регистратора.

Результаты измерения высоты, ширины и площади пика каждого компонента записывают с точностью до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать для фурфурилового спирта — 0,15 %, для фурфурола — 0,03 %.

Суммарная относительная погрешность определения массовой доли фурфурилового спирта ± 0,2 %, фурфурола ± 9 %.

При разногласиях в оценке массовой доли фурфурилового спирта и фурфурола определение проводят с использованием насадки хромосорб W + (15—20) % диэтиленгликольадипината П-9а.

4.5. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

4.5.1. Средства измерений, аппаратура, реактивы, растворы

Бюретка 6—2—2 (5) по ГОСТ 29251.

Колба Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3) — 100 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрации c (NaOH) = 0,05 моль/дм^3.

Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или эквивалентной чистоты.

4.5.2. Проведение анализа

В коническую колбу помещают 100 см^3 дистиллированной воды, приливают 3—5 капель фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 10 с. Затем быстро приливают навеску фурфурилового спирта массой от 2,50 до 3,50 г или от 9,50 до 10,50 г, растворяют в оттитрованной дистиллированной воде и, если розовая окраска раствора исчезнет, титруют раствором гидроокиси натрия до появления устойчивой розовой окраски раствора, не исчезающей в течение 10 с.

4.5.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}003}{m} \cdot 100, \qquad (3)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование кислоты в анализируемом фурфуриловом спирте, см^3;

0,003 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,05 моль/$дм^3$, г;

m — масса навески фурфурилового спирта, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые абсолютные расхождения между которыми не должны превышать 0,004 %.

Суммарная относительная погрешность определения массовой доли кислот ± 5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.6. Определение растворимости в воде

4.6.1. Аппаратура и реактивы

Цилиндр 2 (4) — 50 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или эквивалентной чистоты.

4.6.2. Проведение анализа

25 $см^3$ фурфурилового спирта смешивают с дистиллированной водой в соотношении 1:1 при комнатной температуре в цилиндре со шлифом. После тщательного перемешивания жидкость должна быть прозрачной и однородной.

4.7. Плотность определяют ареометром по ГОСТ 18995.1, разд. 1.

Измерение плотности темноокрашенного фурфурилового спирта проводят по верхнему краю мениска. При отсчете по верхнему краю мениска к показанию ареометра добавляют поправку +0,002.

4.8. Определение точки помутнения

4.8.1. Аппаратура и материалы

Колбы Кн-1—250 по ГОСТ 25336.

Термометр с пределами измерения от минус 20 до 100 °С с ценой деления 1°.

Цилиндр 1 (3) — 50 по ГОСТ 1770.

Баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или эквивалентной чистоты.

Лед измельченный.

4.8.2. Проведение анализа

В колбу вместимостью 250 $см^3$ наливают 15 $см^3$ фурфурилового спирта и 30 $см^3$ дистиллированной воды и помещают термометр.

Смесь охлаждают в бане со льдом, помешивая до образования четкого молочного помутнения. Охлаждение и перемешивание продолжают до тех пор, пока смесь не охладится еще на 1—2°. Тогда систему вынимают из бани и дают медленно нагреться при перемешивании. Температуру фиксируют в момент исчезновения молочного помутнения, когда смесь становится прозрачной.

Помутнение образуется вновь, если коснуться колбой ледяной бани.

4.8.3. Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать ± 0,5° при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Фурфуриловый спирт, упакованный в бочки, транспортируют автомобильным транспортом в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами, действующими на данном виде транспорта.

Фурфуриловый спирт перевозят наливом в цистернах грузоотправителя (грузополучателя) в соответствии с правилами перевозки грузов.

Степень заполнения цистерн вычисляют с учетом полного использования их вместимости (грузоподъемности) и объемного расширения продукта при возможном перепаде температур в пути следования.

На железнодорожные цистерны наносят знак опасности по ГОСТ 19433, черт. 6а, трафарет приписки и трафареты об опасности в соответствии с правилами перевозки грузов.

5.2. Фурфуриловый спирт хранят в герметично закрытых емкостях или железнодорожных цистернах потребителя (изготовителя).

Фурфуриловый спирт, поставляемый в бочках, хранят в упаковке предприятия-изготовителя (потребителя) в крытых, хорошо вентилируемых помещениях или открытых складах потребителя (изготовителя), защищенных от воздействия солнечных лучей и атмосферных осадков.

Фурфуриловый спирт хранят раздельно от кислот и щелочей.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие фурфурилового спирта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения фурфурилового спирта — один месяц со дня изготовления.

6.3. Для фурфурилового спирта, используемого на предприятиях электроугольной промышленности и в литейном производстве, гарантийный срок хранения — один год с момента изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством медицинской промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 04.04.91 № 439

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2.2
ГОСТ 12.1.044—89	2.1
ГОСТ 12.4.028—76	2.3
ГОСТ 1770—74	4.3; 4.4.1; 4.5.1; 4.6.1; 4.8.1
ГОСТ 2517—85	4.1.1
ГОСТ 2603—79	4.4.1
ГОСТ 4328—77	4.5.1
ГОСТ 4919.1—77	4.5.1
ГОСТ 6247—79	1.3.1
ГОСТ 6709—72	4.5.1; 4.6.1; 4.8.1
ГОСТ 9078—84	1.3.3
ГОСТ 9147—80	4.4.1
ГОСТ 9557—87	1.3.3
ГОСТ 13950—91	1.3.1
ГОСТ 14192—96	1.4.1
ГОСТ 18995.1—73	4.7
ГОСТ 18995.2—73	1.2
ГОСТ 19433—88	1.4.2; 5.1
ГОСТ 21650—76	1.3.3
ГОСТ 25336—82	4.4.1; 4.5.1; 4.8.1
ГОСТ 25706—83	4.4.1
ГОСТ 26663—85	1.3.3
ГОСТ 27025—86	4.2
ГОСТ 29251—91	4.5.1
ТУ 6—09—5360—87	4.5.1
ТУ 51—940—80	4.4.1

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2004 г.

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 29.09.2004. Подписано в печать 21.10.2004. Усл. печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,95.
Тираж 76 экз. С 4165. Зак. 932.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102