



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РЕАКТИВЫ

СПИРТ ИЗОБУТИЛОВЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 6016—77

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Реактивы
СПИРТ ИЗОБУТИЛОВЫЙ
Технические условия

Reagents,
Isobutyl alcohol,
Specifications

ГОСТ
6016—77

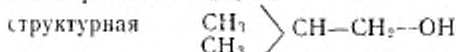
ОКП 26 3211 0150 07

Срок действия с 01.01.79
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на изобутиловый спирт, представляющий собой бесцветную прозрачную жидкость со своеобразным запахом; плохо растворим в воде, смешивается со спиртом, эфиром и другими органическими растворителями.

Формулы: эмпирическая C_4H_9OH



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 74,12.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3211 0152 05	Чистый (ч) ОКП 26 3211 0151 06
1. Массовая доля изобутилового спирта, %, не менее	99,5	99,3
2. Плотность при 20°C, г/см ³	0,801—0,802	0,801—0,803
3. Показатель преломления, n_D^{20}	1,3955—1,3960	1,3950—1,3960
4. Массовая доля нелетучих веществ, %, не более	0,0005	0,001
5. Массовая доля кислот в пересчете на масляную кислоту, %, не более	0,003	0,005
6. Массовая доля альдегидов в пересчете на уксусный альдегид, %, не более	0,01	0,02
7. Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,08
8. Содержание веществ, темнеющих под действием серной кислоты	Должен выдерживать испытание по п. 3.9.	

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

2.2. Массовую долю нелетучих веществ определяют периодически в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86. При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

Допускается применение импортной аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73.

Масса средней пробы должна быть не менее 2 кг.

Объем изобутилового спирта, необходимый для анализа, отбирают пипеткой или цилиндром с погрешностью не более 1%.

3.2. Массовую долю изобутилового спирта (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_{H_2O}),$$

ΣX_i — массовая доля органических примесей, определяемых газохроматографически, %;

X_{H_2O} — массовая доля воды, определяемая по п. 3.8, %.

3.1; 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1. Определение массовой доли органических примесей

3.2.1.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка длиной 3 м, внутренним диаметром 3—4 мм.

Интегратор электронный или измерительная лупа по ГОСТ 25706—83 и линейка металлическая по ГОСТ 427—75.

Микрошприц вместимостью 10 мм³.

Шкаф сушильный.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Воздух сжатый для питания контрольно-измерительных приборов.

Газ-носитель (азот газообразный по ГОСТ 9293—74 высшего сорта или гелий газообразный очищенный марки Б).

Фаза неподвижная: полиэтиленгликоль 300 (ПЭГ 300).

Носитель твердый: (порохром 1-AW, хроматон N-A или другого типа с аналогичными характеристиками с размером частиц 0,25—0,315 мм).

Бутанол-2 для хроматографии, х. ч.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—74.

3.2.1.2. Подготовка к анализу

ПЭГ 300 в количестве 10% от массы твердого носителя растворяют в хлороформе. Объем хлороформа должен быть таким, чтобы твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы. При помешивании в раствор засыпают взвешенный твердый носитель, высушенный при 150°C в сушильном шкафу.

Избыток хлороформа удаляют нагреванием массы на водяной бане при постоянном помешивании, а затем в сушильном шкафу при 80°C.

Хроматографическую колонку заполняют по ГОСТ 21533—76. Пасадку стабилизируют при 100°C в течение 6 ч.

Включение и пуск прибора осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Условия работы хроматографа

Температура колонки, °C	(85±2)
Температура испарителя, °C	(180±10)
Длина колонки, м	3
Скорость газа-носителя, см ³ /мин	(45±5)
Входное сопротивление, Ом:	
для препарата чистый для анализа	1·10 ²
для препарата чистый	1·10 ³

Шкала самописца, мВ	100—300
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	600
Объем анализируемой пробы, мм ³	2
Продолжительность анализа, мин	40.

3.2.1.3. Проведение анализа

Массовые доли примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют бутанол-2, который добавляют в анализируемую пробу в количестве от 0,1 до 0,3% от массы проб.

При установившемся режиме в испаритель хроматографа вводят при помощи микрошприца соответствующий объем анализируемой пробы.

Последовательность выхода компонентов из колонки и относительное время удерживания указаны в табл. 2.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительное время удерживания
1. Ацетон	0,25
2. Бензол	0,45
3. Пропиловый эфир уксусной кислоты	0,55
4. Изобутиловый эфир уксусной кислоты	0,65
5. Неидентифицированный компонент	0,80
6. Бутиловый эфир уксусной кислоты	0,90
7. Бутанол-2	1,00
8. Пропиловый спирт	1,10
9. Изобутиловый спирт	1,35
10. Нормальный бутанол	1,90
11. Неидентифицированные компоненты	2,00—2,80

3.2.1.4. Обработка результатов

Площади пиков (S) в мм² определяют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.

Измерения проводят с помощью металлической линейки и измерительной лупы.

Допускается определять площади пиков при помощи электронного интегратора.

Массовую долю каждой примеси (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_{\text{эт}} \cdot S_i \cdot 100}{m \cdot S_{\text{эт}}},$$

где $m_{\text{эт}}$ — масса «внутреннего эталона» в анализируемом образце, г;

S_i — площадь пика i -го компонента в анализируемой пробе, мм²;

m — масса анализируемого образца без добавления «внутреннего эталона», г;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм².

Массовую долю органических примесей (X) в процентах вычисляют как сумму массовых долей всех определяемых газохроматографически примесей.

При использовании в качестве «внутреннего эталона» вторичного бутанола расчет допускается производить по одной хроматограмме, в этом случае массовую долю каждой примеси (X_i) вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_{\text{эт}} \cdot K_{\text{эт}} \cdot S_i \cdot 100}{m \cdot S_{\text{эт}} \cdot K_i},$$

где $m_{\text{эт}}$ — масса навески введенного «внутреннего эталона», г;

$K_{\text{эт}}$ — коэффициент относительной чувствительности «внутреннего эталона»;

S_i — площадь пика i -го компонента в анализируемой пробе, мм²;

m — масса навески анализируемого продукта, г;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика «внутреннего эталона» в анализируемой пробе, мм²;

K_i — коэффициент относительной чувствительности i -го компонента.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не должно превышать 20%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность анализа $\pm 10\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.3. Плотность определяют по ГОСТ 18995.1—73 денсиметром.

3.4. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2—73.

3.5. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026—86 из навески 250 см³ (200 г) для квалификации «чистый для анализа» или 125 см³ (100 г) для квалификации «чистый» в кварцевой или фарфоровой чашке (по ГОСТ 19908—80 и по ГОСТ 9147—80).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать 1 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность анализа $\pm 30\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.2.1.1—3.5 (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Определение массовой доли кислот в пересчете на масляную кислоту

3.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка 3—2—10—0,05 по ГОСТ 20292—74.

Колба Ки-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетка 2—2(1)—50 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндр 1(3) 50(25) по ГОСТ 1770—74.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87, высшего сорта, нейтрализованный по фенолфталеину.

Фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

3.6.2. *Проведение анализа*

50 см³ анализируемого препарата помещают пипеткой в коническую колбу, затем прибавляют 25 см³ этилового спирта и 2—3 капли фенолфталеина. Содержимое колбы тщательно перемешивают и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 20 с.

3.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислот в пересчете на масляную кислоту (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00088 \cdot 100}{50 \cdot \rho},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³;

ρ — плотность препарата, определяемая по п. 3.3, г/см³;

0,00088 — масса масляной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,0005%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность анализа $\pm 20\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

3.6.1—3.6.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.7. Определение массовой доли альдегидов в пересчете на уксусный альдегид

Определение проводят по ГОСТ 16457—76 колориметрическим методом (фотометрически или визуально).

Масса навески препарата 1 г (1,25 см³).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса уксусного альдегида не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 0,1 мг,

для препарата чистый — 0,2 мг.

При разногласиях в оценке массовой доли альдегидов определение проводят фотометрически.

3.8. Определение массовой доли воды

Определение проводят по ГОСТ 14870—77 реактивом Фишера визуальным (способ 2) или электрометрическим титрованием.

Масса навески препарата 8 г (10 см³).

При разногласиях в оценке массовой доли воды определение проводят электрометрическим титрованием.

3.9. Определение веществ, темнеющих под действием серной кислоты

Определение проводят по ГОСТ 14871—76 методом цветовой бихроматной шкалы. При этом 5 см³ препарата помещают в сухой стакан вместимостью 50 см³ (ГОСТ 25336—82), охлаждают до 10°C, прибавляют из пипетки 6(7)—2—5(10) (ГОСТ 20292—74) по каплям при перемешивании 5 см³ охлажденной до 10°C серной кислоты (ГОСТ 4204—77, х.ч., выдерживающая пробу Савалля), поддерживая температуру смеси 15—20°C.

Смесь выливают в сухую пробирку типа П4 (ГОСТ 25336—82).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 10 мин окраска анализируемого раствора, наблюдаемая на фоне молочно-белого стекла в проходящем свете, не будет интенсивнее:

для препарата чистый для анализа — окраски раствора сравнения с показателем цветности 1 бихроматной шкалы;

для препарата чистый — окраски раствора сравнения с показателем цветности 5 бихроматной шкалы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885—73.

Вид и тип тары: 3—1, 3—5, 8·1, 8·2.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

Склянки и бутылки должны быть наполнены не более чем на 90%.

На тару должна быть наклеена этикетка с надписями: «Огнеопасно!» и «Взрывоопасно!».

Транспортную тару маркируют в соответствии с ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционных знаков № I и II и знаков опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 3, подкласс 3.3).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Препарат транспортируют любым видом транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

4.3. Препарат хранят в упаковке предприятия-изготовителя в помещении, специально предназначенном для хранения огнеопасных веществ.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие изобутилового спирта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

5.2. Гарантийный срок хранения препарата — три года со дня изготовления.

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

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Изобутиловый спирт представляет собой легковоспламеняющуюся жидкость. Температура вспышки 28°C. Стандартная температура самовоспламенения 408°C.

Пары изобутилового спирта образуют с воздухом взрывоопасные смеси. По классификации взрывоопасных смесей изобутиловый спирт относится к категории IIА, группе Т2.

Нижний концентрационный предел воспламенения паров в воздухе при 25°C—1,81; верхний — 10,37 объемных долей в процентах. Температурные пределы воспламенения при 101325 Па (760 мм рт. ст.): нижний 26,4°C, верхний 57,5°C.

6.2. Изобутиловый спирт токсичен, обладает наркотическим и раздражающим действием, может вызвать воспаление слизистой оболочки глаз и верхних дыхательных путей. Предельно допустимая концентрация продукта в воздухе рабочей зоны — 10 мг/м³ (III класс опасности).

6.1; 6.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

6.3. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (защитные очки, респираторы, резиновые перчатки), а также соблюдать меры личной гигиены. Все работы с препаратом необходимо проводить в спецодежде.

При аварии следует применять фильтрующие промышленные противогазы марок А и БКФ.

6.4. Все рабочие помещения, где возможно выделение паров изобутилового спирта, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией, а места наибольшего выделения паров — укрытиями с местной вытяжной вентиляцией.

6.5. Работы с изобутиловым спиртом следует проводить вдали от огня. При загорании для тушения применять химическую пену, тонкораспыленную воду и инертные газы.

6.6. Определение изобутилового спирта в воздухе рабочей зоны основано на использовании метода газожидкостной хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором. Отбор проб проводят путем концентрирования в воде.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Т. Г. Макова, И. Л. Ротенберг, В. Н. Платанова, Л. Д. Комиссаренко, А. С. Лавренова, Э. П. Кравчук, Р. М. Кириллова, И. Г. Столярова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 06.12.77 № 2814

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6016—72

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 427—75	3.2.1.1
ГОСТ 1770—74	3.6
ГОСТ 3022—80	3.2.1.1
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4328—77	3.6.1
ГОСТ 4204—77	3.9
ГОСТ 4919.1—77	3.6.1
ГОСТ 9117—80	3.5
ГОСТ 9293—74	3.2.1.1
ГОСТ 11192—77	4.1
ГОСТ 14870—77	3.8
ГОСТ 14871—76	3.9
ГОСТ 16457—76	3.7
ГОСТ 18300—87	3.6.1
ГОСТ 18995.1—73	3.3
ГОСТ 18995.2—73	3.4
ГОСТ 19908—80	3.5
ГОСТ 19433—81	4.1
ГОСТ 20015—74	3.2.1.1
ГОСТ 20292—74	3.6, 3.9
ГОСТ 21533—76	3.2.1.2
ГОСТ 24104—88	3.1а
ГОСТ 25336—82	3.6, 3.9
ГОСТ 25706—83	3.2.1.1
ГОСТ 27025—86	3.1а
ГОСТ 27026—85	3.5

5. Срок действия продлен до 01.01.94. Постановлением Госстандарта СССР от 22.02.88 № 306

6. Переиздание [октябрь 1988 г.] с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1988 г. [ИУС 5—88]

Редактор *Н. В. Бобкова*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 09.09.88 Подп. в печ. 28.11.88 0,75 усл. п. л., 0,75 усл. кр.-отт., 0,64 уч.-изд. л.
Тираж 2000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопрессинский пер., д. 3.

Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 2530.