

РЕАКТИВЫ

БУТАНОЛ-1

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Бутанол-1 — наркотик с раздражающим действием на слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров бутанола-1 в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 10 мг/м³ (вещество 3-го класса опасности).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (очки, перчатки, спецодежду, фильтрующий промышленный противогаз марки А), а также соблюдать правила личной гигиены.

2.3. Бутанол-1 — легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки 34 °С (в закрытом тигле), 41 °С (в открытом тигле), температура воспламенения 41 °С, температура самовоспламенения 340 °С, область воспламенения 1,7—12,0 % (по объему) при 100 °С, температурные пределы воспламенения: нижний 34 °С, верхний 68 °С.

При загорании для тушения используют химическую и воздушно-механическую пены, тонко-распыленную воду.

2.4. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2.3, 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Массовую долю остатка после выпаривания по пункту 4 табл. 1 изготовитель определяет в каждой десятой партии.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типа ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885.

Масса средней пробы должна быть не менее 1 кг.

Объем бутанола-1, необходимый для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или цилиндром с погрешностью не более 1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. Определение массовой доли бутанола-1

Массовую долю бутанола-1 определяют по разности, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей, массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту и массовую долю альдегидов в пересчете на ацетальдегид в процентах.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1. *Определение массовой доли органических примесей*

4.2.1.1. *Приборы и реактивы*

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

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

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

Микрошприц вместимостью 10 мм³.

Шкаф сушильный.

Водород технический по ГОСТ 3022.

Азот газообразный (газ-носитель) по ГОСТ 9293 высшего сорта или гелий газообразный очищенный марки Б.

Полиэтиленгликоль 300 (неподвижная жидкая фаза).

Диохром II, хромосорб W, порохром I или целит 545 с размером частиц 0,18—0,25 мм (твердый носитель).

Хлороформ технический по ГОСТ 20015.

Изоамиловый спирт для хроматографии, х.ч., или спирт изоамиловый по ГОСТ 5830.

Бутиловый эфир уксусной кислоты для хроматографии, х.ч., или по ГОСТ 22300.

Дибутиловый эфир для хроматографии, х.ч.

Изобутиловый эфир уксусной кислоты.

n-Ксилол для хроматографии или *n*-ксилол, ч., или *m*-ксилол для хроматографии или *m*-ксилол, ч., х.ч., или пентанол для хроматографии.

2-Метил-1-пропанол для хроматографии (изобутиловый спирт) или спирт изобутиловый по ГОСТ 6016.

4.2.1.2. Подготовка к анализу

Полиэтиленгликоль 300 в количестве 10—15 % 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 °С в сушильном шкафу.

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

Хроматографическую колонку заполняют по ГОСТ 21533. Насадку стабилизируют при 100 °С в течение 6 ч.

Включение и пуск хроматографа осуществляют в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

4.2.1.1, 4.2.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1.3. Проведение анализа

Массовую долю органических примесей определяют при условиях, указанных ниже.

Температура колонки, °С	85—90
Температура испарителя, °С	180
Расход газа-носителя, см ³ /мин	40—50
Шкала усилителя, А	2·10 ⁻¹⁰ —5·10 ⁻¹⁰
Шкала самописца, мВ	10
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	600
Объем анализируемой пробы, мм ³	2
Продолжительность анализа, мин	40—50

При установившемся режиме в испаритель хроматографа вводят с помощью микрошприца соответствующий объем анализируемой пробы.

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона» с учетом градуировочных коэффициентов, которые определяют на искусственных смесях, близких по составу к анализируемому продукту относительно вещества, принятого за «внутренний эталон». Градуировочный коэффициент неидентифицированных компонентов считают равным единице. Градуировочные коэффициенты определяют по ГОСТ 21533. Последовательность выхода компонентов из колонки, относительные объемы удерживания и градуировочные коэффициенты приведены в табл. 2.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительные объемы удерживания		Градуировочные коэффициенты по <i>n</i> -ксилолу
	по <i>n</i> -ксилолу	по пентанолу	
1. Неидентифицированное вещество	0,25	0,05	1,00
2. Дибутиловый эфир	0,36	0,08	1,00
3. Изобутиловый эфир уксусной кислоты	0,59	0,18	1,80
4. Бутиловый эфир уксусной кислоты	0,83	0,25	1,83
5. <i>n</i> -Ксилол или <i>m</i> -ксилол («внутренний эталон»)	1,00	—	—
6. Неидентифицированное вещество	1,15	0,35	1,00
7. Изобутиловый спирт	1,27	0,38	1,48
8. Бутанол-1	1,87	0,58	1,46
9. Изоамиловый спирт	2,47	0,74	1,42
10. Пентанол («внутренний эталон»)	—	1,00	—

С. 4 ГОСТ 6006—78

В качестве «внутреннего эталона» при отсутствии в пробах пропилового спирта используют *n*-ксилол или *m*-ксилол. При обнаружении в пробах пропилового спирта в качестве «внутреннего эталона» используют амиловый спирт и определяют градуировочные коэффициенты по ГОСТ 21533.

«Внутренний эталон» добавляют в препарат в количестве от 0,05 до 0,5 % от массы пробы в зависимости от уровня содержания примесных компонентов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2.1.4. Обработка результатов

Площадь пиков (S) в квадратных миллиметрах определяют с помощью электронного интегратора, либо вычисляют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Измерения проводят с помощью металлической линейки и измерительной лупы.

Массовую долю органической примеси (X_i) вычисляют по формуле

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

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

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

K_i — градуировочный коэффициент i -го компонента;

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

m — масса анализируемой пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 15 %.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1.5. Массовую долю бутанола-1 (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_{\text{H}_2\text{O}}),$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей, %;

$X_{\text{H}_2\text{O}}$ — массовая доля воды, определяемая в соответствии с п. 4.9, %.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.3. Плотность определяют по ГОСТ 18995.1 денсиметром.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2.

4.5. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026. При этом 247 см³ (200 г) препарата квалификации чистый для анализа и 123,5 см³ (100 г) препарата квалификации чистый помещают в кварцевую чашу (ГОСТ 19908) или выпарительную чашку (ГОСТ 9147) и выпаривают досуха на водяной бане. Далее определение проводят по ГОСТ 27026.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа не превышает ± 35 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

4.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Бюретки вместимостью 5 или 10 см³.

Пипетка вместимостью 50 см³.

Колбы Кн-1—250—24/29 ТХС (ТС) или Кн-1—500—29/32 ТХС (ТХ) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (2, 3, 4)—25 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,01$ моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

4.6.2. Проведение анализа

50 см³ анализируемого препарата помещают пипеткой в коническую колбу, затем прибавляют

цилиндром 25 см³ этилового спирта, нейтрализованного в присутствии фенолфталеина раствором гидроокиси натрия, и две капли раствора фенолфталеина. Содержимое колбы тщательно перемешивают и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 20 с.

4.6.3. *Обработка результатов*

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

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,00060 \cdot 100}{50 \cdot \rho},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,00060 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм³, г;

ρ — плотность препарата, определяемая в соответствии с п. 4.3, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа не превышает ± 25 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4.6—4.6.3. *(Измененная редакция, Изм. № 1).*

4.7. **Определение массовой доли альдегидов в пересчете на ацетальдегид**

Определение проводят по ГОСТ 16457 колориметрическим методом (визуально).

Масса навески препарата чистый для анализа — 2 г (2,5 см³), препарата чистый — 1 г (1,25 см³).

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

для препарата чистый для анализа — 0,2 мг,

для препарата чистый — 0,5 мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.8. **(Исключен, Изм. № 1).**

4.9. **Определение массовой доли воды** проводят по ГОСТ 14870 реактивом Фишера электрометрическим или визуальным (способ 1) титрованием.

Масса навески препарата — 16 г (20 см³).

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

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885.

Вид и тип тары: 3—1, 3—5, 8—1, 8—2.

Группа фасовки: IV, V, VI, VII.

Бутылки и стеклянные бутылки должны быть наполнены не более чем на 90 % объема.

Транспортную тару маркируют в соответствии с ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционных знаков «Хрупкое. Осторожно», «Верх» и знаков опасности по ГОСТ 19433 (класс опасности 3, подкласс 3.3, черт. 3, классификационный шифр 3313), серийный номер ООН 1120.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.2. Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в помещении, специально предназначенном для хранения огнеопасных веществ.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие бутанола-1 требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — 3 года со дня изготовления.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.10.78 № 2738
3. ВЗАМЕН ГОСТ 6006—73
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 427—75	4.2.1.1	ГОСТ 16457—76	4.7
ГОСТ 1770—74	4.6.1	ГОСТ 18300—87	4.6.1
ГОСТ 3022—80	4.2.1.1	ГОСТ 18995.1—73	4.3
ГОСТ 3885—73	3.1; 4.1; 5.1	ГОСТ 18995.2—73	4.4
ГОСТ 4328—77	4.6.1	ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 4517—87	4.6.1	ГОСТ 19908—90	4.5
ГОСТ 4919.1—77	4.6.1	ГОСТ 20015—88	4.2.1.1
ГОСТ 5830—79	4.2.1.1	ГОСТ 21533—76	4.2.1.2; 4.2.1.3
ГОСТ 6016—77	4.2.1.1	ГОСТ 22300—76	4.2.1.1
ГОСТ 9147—80	4.5	ГОСТ 25336—82	4.6.1
ГОСТ 9293—74	4.2.1.1	ГОСТ 25706—83	4.2.1.1
ГОСТ 14192—96	5.1	ГОСТ 25794.1—83	4.6.1
ГОСТ 14870—77	4.9	ГОСТ 27025—86	4.1a
		ГОСТ 27026—86	4.5

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5—6—93)
6. ИЗДАНИЕ (апрель 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1988 г., октябре 1990 г. (ИУС 1—89, 1—91)

Редактор *Л.И. Нахимова*
 Технический редактор *Н.С. Гришанова*
 Корректор *А.С. Черноусова*
 Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 06.06.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,67. Тираж 61 экз.
 С 6184. Зак. 197.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
 Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов