МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

СПИРТ ИЗОАМИЛОВЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 547.265-125-41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

СПИРТ ИЗОАМИЛОВЫЙ

Технические условия

Reagents. Isoamyl alcohol. Specifications

ГОСТ 5830—79

Взамен ГОСТ 5830—70

ОКП 26 3211

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 мая 1979 г. № 1981 срок введения установлен

с 01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на изоамиловый спирт, состоящий из изоамилового спирта (3-метилбутанол-1) и небольшого количества оптически активного спирта (2-метилбутанол-1).

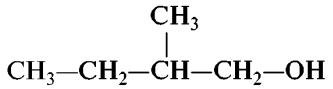
Изоамиловый спирт представляет собой бесцветную прозрачную жидкость с характерным неприятным запахом; плохо растворим в воде, смешивается со спиртом, эфиром, бензолом, хлороформом и ледяной уксусной кислотой.

Установленные настоящим стандартом показатели технического уровня предусмотрены для высшей категории качества.

Формулы:

эмпирическая $C_5H_{12}O$

структурная



Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 88,15.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Изоамиловый спирт должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

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

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа ч. д. а.	Чистый ч.
1. Массовая доля спирта изоамилового ($C_5H_{12}O$), %, не менее	99,0	98,0

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Сентябрь 2001 г.

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 2001

Окончание табл. 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа ч. д. а.	Чистый ч.
2. Внешний вид	Должен выдерживать анализ по п. 4.2	
3. Плотность, ρ_4^{20}, г/см^3	0,810—0,812	0,810—0,812
4. Показатель преломления, η_D^{20}	1,407—1,410	Не нормируется
5. Массовая доля остатка после выпаривания, %, не более	0,0005	0,001
6. Массовая доля пиридина, %, не более	0,000004	0,00001
7. Массовая доля фурфурола, %, не более	0,00001	0,00005
8. Массовая доля эфиров и кислот в пересчете на амилацетат, %, не более	0,02	0,06
9. Массовая доля альдегидов (CH_2O), %, не более	0,01	0,03
10. Вещества, темнеющие под действием серной кислоты	Должен выдерживать анализ по п. 4.11	
11. Массовая доля воды, %, не более	0,1	Не нормируется

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Изоамиловый спирт — наркотик, обладающий токсичностью и сильным раздражающим действием.

2.2. При работе с изоамиловым спиртом необходимо применять индивидуальные средства защиты (противогаз марки А, шланговые противогазы, защитные очки, перчатки из полиэтиленовой пленки), а также соблюдать правила личной гигиены.

2.3. Все рабочие помещения, в которых проводятся работы с изоамиловым спиртом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2.4. Изоамиловый спирт представляет собой легковоспламеняющуюся жидкость. Температура вспышки 43 °С. Температура самовоспламенения 350 °С. Минимальная температура самовоспламенения 293 °С. Температурные пределы воспламенения: нижний 42 °С, верхний 72 °С (расчетный); область воспламенения 1,4—9,0 % (по объему) при 100 °С.

2.5. Работы с изоамиловым спиртом следует проводить вдали от огня. В случае загорания для тушения применяют химическую пену, инертные газы, порошковые огнегасящие средства.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885—73. Масса средней пробы должна быть не менее 1300 г. Объем изоамилового спирта, необходимый для каждого анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром с погрешностью не более 1 %.

4.2. Определение внешнего вида проводят по ГОСТ 14871—76.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если препарат по внешнему виду не будет отличаться от дистиллированной воды.

4.3. Определение массовой доли изоамилового спирта

Массовую долю изоамилового спирта определяют по разности, вычитая из 100 % сумму органических примесей и воды в процентах.

4.3.1. *Определение массовой доли органических примесей*

4.3.1.1. *Приборы и реактивы*

Хроматограф газовой аналитический типа «Цвет» с детектором ионизации в пламени или любой другой с аналогичной чувствительностью.

Колонка длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706—83.

Линейка металлическая по ГОСТ 427—75.

Микрошприц вместимостью 10 мкм, типа МШ-10.

Шкаф сушильный.

Газ-носитель — азот газообразный по ГОСТ 9293—74.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 24484—80.

Неподвижная жидкая фаза — триэтиленгликоль или ПЭГ-150.

Твердый носитель — динохром II, целит 545, хроматон N с частицами размером 0,18—0,25 мм.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—88 или эфир этиловый (растворитель).

Бутанол вторичный х. ч. для хроматографии.

4.3.1.2. *Подготовка к анализу*

Триэтиленгликоль или ПЭГ-150 в количестве 10 % от массы твердого носителя растворяют в хлороформе или этиловом эфире. Объем растворителя должен быть таким, чтобы весь твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы.

При перемешивании в раствор засыпают взвешенный твердый носитель, высушенный при 150 °С в сушильном шкафу. Избыток растворителя удаляют нагреванием массы на водяной бане при постоянном помешивании, затем сушат в сушильном шкафу при 70 °С в течение 1 ч.

Заполнение хроматографической колонки проводят по ГОСТ 21533—76.

Колонку стабилизируют при 90—100 °С в слабом токе азота в течение 3—4 ч.

Условия работы хроматографа

Температура колонки, °С	70—75
Температура испарителя, °С	200
Скорость азота (газа-носителя), $см^3$/мин	40—45
Шкала усилителя по току, А	$50 \cdot 10^{-10}$—$200 \cdot 10^{-10}$
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	360
Объем анализируемой пробы, мкл	1
Продолжительность анализа, мин	60

4.3.1.3. *Проведение анализа*

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют вторичный бутанол, который добавляют в препарат в количестве 0,5—1 %.

При использовании приборов другого типа условия анализа по скорости газа — носителя, температуре и величине пробы могут изменяться и должны быть откорректированы на месте.

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

Последовательности выхода из колонки компонентов, относительные объемы удерживания и ориентировочные значения градуировочных коэффициентов приведены на чертеже и в табл. 2.

4.3.1.4. *Обработка результатов*

Площади пиков ($мм^2$) вычисляют, как произведение высоты пика его на ширину, измеренную на половине высоты.

Измерения производят с помощью металлической линейки и измерительной лупы.

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

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

где m — массовая доля «внутреннего эталона» в анализируемой пробе, %;

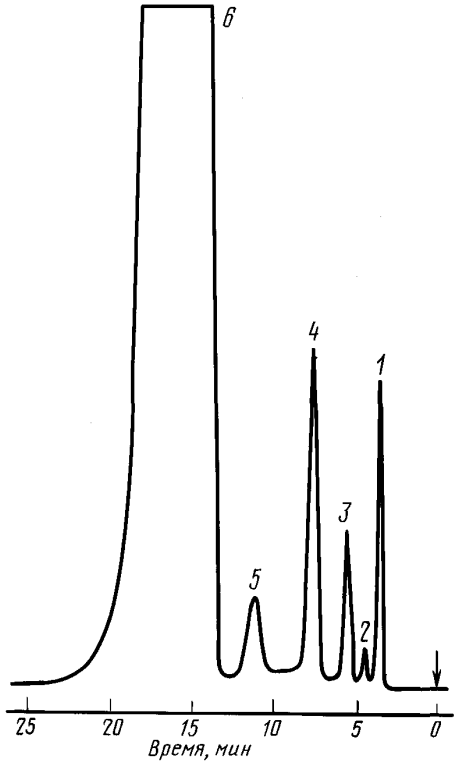
S_i — площадь пика i-го компонента, $мм^2$;

K_i — градуировочный коэффициент i-го компонента;

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», $мм^2$.

Определение градуировочных коэффициентов проводят по искусственным смесям, близким по составу к анализируемой пробе (ГОСТ 21533—76).

Типовая хроматограмма изоамилового спирта



1 — изопропанол; *2* — изовалериановый альдегид; *3* — вторичный бутанол («внутренний эталон»); *4* — изобутанол; *5* — нормальный бутанол; *6* — изоамиловый спирт

Таблица 2

Наименование компонента	Относительные объемы удерживания	Градуировочные коэффициенты
1. Изопропанол	0,59	1,24
2. Изовалериановый альдегид	0,68	1,28
3. Вторичный бутанол («внутренний эталон»)	1	1,00
4. Изобутанол	1,39	0,9
5. Нормальный бутанол	2,09	0,99
6. Изоамиловый спирт	2,5	1,00

Массовую долю изоамилового спирта (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где ΣX_i — сумма массовых долей всех определяемых компонентов, %;

$X_{воды}$ — массовая доля воды, определяемая по п. 4.12, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %.

4.4. Плотность определяют денсиметром по ГОСТ 18995.1—73.

4.5. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2—73.

4.6. Определение массовой доли остатка после выпаривания

4.6.1. *Проведение анализа*

246 см^3 (200 г) препарата помещают в кварцевую или платиновую чашку, предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, и выпаривают досуха на водяной бане. Остаток сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1 мг,

для препарата чистый — 2 мг.

4.7. Определение массовой доли пиридина

4.7.1. *Реактивы и растворы*

Анилин по ГОСТ 5819—78, 3 %-ный раствор в изоамиловом спирте, не содержащем пиридина.

Вода бромная; готовят по ГОСТ 4517—87.

Бумага лакмусовая синяя.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 5 %-ный раствор.

Изоамиловый спирт, не содержащий пиридина, готовят следующим образом: 500 см^3 изоамилового спирта, содержащего следы пиридина, встряхивают в течение 1 ч в делительной воронке со 100 мл раствора серной кислоты. Спиртовой слой отделяют, промывают водой до исчезновения кислой реакции водного раствора по синей лакмусовой бумажке и перегоняют с дефлегматором. Отбирают фракцию спирта, кипящую при 128—132 °С.

Бромистый циан, раствор в изоамиловом спирте готовят следующим образом: 40 см^3 бромной воды помещают в цилиндр вместимостью 100 см^3 (и притертой пробкой), который погружают в воду со льдом. В цилиндр прибавляют по каплям раствор цианистого калия до обесцвечивания бромной воды. К охлажденной смеси прибавляют 15 см^3 изоамилового спирта, не содержащего пиридина, и

сильно взбалтывают. Для определения пиридина используют спиртовой слой. Раствор бромистого циана должен быть свежеприготовленным.

Калий цианистый, 10 %-ный раствор.

Раствор, содержащий пиридин, готовят по ГОСТ 4212—76.

4.7.2. *Проведение анализа*

61,5 см^3 (50 г) препарата помещают в цилиндр (с притертой пробкой) вместимостью 100 см^3, прибавляют 1 см^3 раствора анилина, 1 см^3 раствора бромистого циана и тщательно перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если для препарата чистый для анализа смесь остается бесцветной в течение 30 мин и для препарата чистый появившаяся желтая окраска через 30 мин не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего такое же количество изоамилового спирта без пиридина, 0,005 мг пиридина, 1 см^3 раствора анилина, 1 см^3 бромистого циана.

4.8. Определение массовой доли фурфурола

4.8.1. *Реактивы и растворы*

Анилин по ГОСТ 5819—78, свежеперегнанный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 40—50 %-ный раствор.

Раствор, содержащий фурфурол, готовят по ГОСТ 4212—76.

Изоамиловый спирт, не содержащий фурфурола, готовят следующим образом: 500 см^3 изоамилового спирта встряхивают в течение 3 ч в делительной воронке со 100 мл раствора гидроокиси натрия. Слой раствора гидроокиси натрия удаляют, спиртовой слой промывают 2—3 раза водой, отделяют спиртовой слой и перегоняют с дефлегматором. Собирают фракцию спирта, кипящую при 128—132 °С.

4.8.2. *Проведение анализа*

12,3 см^3 (10 г) препарата помещают в пробирку исполнения П-4 (ГОСТ 23932—90) вместимостью 15 см^3, прибавляют 0,5 см^3 анилина и 0,1 см^3 соляной кислоты.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если появившаяся розовая окраска анализируемого раствора через 5 мин не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме: 12,3 см^3 изоамилового спирта без фурфурола, 0,5 см^3 анилина, 0,1 см^3 соляной кислоты и

для препарата чистый для анализа — 0,001 мг фурфурола,

для препарата чистый — 0,005 мг фурфурола.

4.9. Определение массовой доли эфиров и кислот в пересчете на амилацетат

4.9.1. *Реактивы и растворы*

Вода дистиллированная 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,1 н. раствор или кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 н. раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, 0,1 н. раствор.

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

Фенолфталеин (индикатор), 1 %-ный спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

4.9.2. *Проведение анализа*

50 см^3 препарата помещают в коническую колбу (с притертой пробкой) вместимостью 250 см^3, прибавляют 50 см^3 этилового спирта и 10 см^3 раствора гидроокиси натрия. Колбу соединяют с обратным холодильником и нагревают в водяной бане в течение 1 ч. Затем колбу с раствором охлаждают, прибавляют четыре капли раствора фенолфталеина и титруют избыток гидроокиси натрия раствором кислоты до исчезновения малиновой окраски.

Одновременно в тех же условиях проводят титрование контрольного раствора, содержащего те же количества спирта и раствора гидроокиси натрия.

4.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю эфиров и кислот в пересчете на амилацетат (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}01302 \cdot 100}{V_2 \cdot \rho_4^{20}},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем точно 0,1 н. раствора кислоты, израсходованный на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

V_2 — объем препарата, $см^3$;

ρ_4^{20} — плотность препарата, определяемая по п. 4.4, $г/см^3$;

0,01302 — масса амилацетата, соответствующая 1 $см^3$ точно 0,1 н. раствора кислоты, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,002 %.

4.10. Определение массовой доли альдегидов в пересчете на CH_2O проводят по ГОСТ 16457—76 визуально-колориметрическим методом из массы навески препарата 0,2 г (0,25 $см^3$).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора не будет интенсивнее окраски раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащим в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа — 0,02 мг CH_2O,

для препарата чистый — 0,06 мг CH_2O

и 2 $см^3$ фуксинсернистого реактива.

4.11. Определение веществ, темнеющих под действием серной кислоты, проводят по ГОСТ 14871—76 методом цветовой (йодной) шкалы.

При этом 5 $см^3$ препарата помещают в сухую пробирку из бесцветного стекла исполнения П4 (ГОСТ 25536—82), прибавляют небольшими порциями 5 $см^3$ серной кислоты х. ч. (ГОСТ 4204—77), выдерживающая пробу Саваля, охлаждают до 10 °С и встряхивают в течение 5 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если окраска анализируемого раствора при наблюдении в проходящем свете на фоне молочного стекла для препарата чистый для анализа и чистый не будет интенсивнее окраски раствора сравнения с показателем цветности 10-йодной шкалы.

4.12. Определение массовой доли воды проводят по ГОСТ 14870—77 реактивом Фишера визуальным (способ 1) или электрометрическим титрованием.

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—73.

Вид упаковки: $С_1$, С-6, С-7, С-7п.

Склянки должны быть наполнены не более чем на 90 % (по объему). На тару наносят знак опасности по ГОСТ 19433—88 (класс 3, подкласс 3.3, черт. 3, классификационный шифр 3313, серийный номер ООН 1105.02).

Группа фасовки: IV, V, VI.

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

5.3. Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие качества изоамилового спирта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения, установленных стандартом.

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

По истечении указанного срока препарат перед использованием должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 28.09.2001. Подписано в печать 22.10.2001. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,80. Тираж 70 экз. С 2372. Зак. 379.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail:info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102