

Изменение 1 ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.09.88 № 3279

Дата введения 01.04.89

Наименование стандарта на английском языке изложить в новой редакции: «1-Butanol».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКП 26 3211 0140 09.

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «реактив».

Пункт 1.2. Таблицу 1 изложить в новой редакции:

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.л.а.) ОКП 26 3211 0142 07	Чистый (ч.) ОКП 26 3211 0141 08
1. Массовая доля бутанола-1 (C ₄ H ₉ OH), %, не менее	99,7	99,5
2. Плотность при 20 °С, г/см ³	0,809—0,810	0,809—0,810
3. Показатель преломления	1,3990—1,4000	1 3990—1,4000
4. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0005	0,001
5. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту (CH ₃ COOH), %, не более	0,005	0,005
6. Массовая доля альдегидов в пересчете на ацетальдегид (CH ₃ CHO), %, не более	0,01	0,05
7. Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,1

Пункт 2.1. Второй абзац дополнить словами: «(вещество 3-го класса опасности)».

Пункт 2.3. Заменить значения: 38 на 34; 1,81 на 1,7.

Пункт 2.4. Исключить слово: «механической».

Пункт 3.2. Заменить слово: «таблицы» на «табл. 1»

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1а (перед п. 4.1). «4.1а. Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг.

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

Пункт 4.1. Последний абзац изложить в новой редакции: «Объем бутанола-1, необходимый для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или цилиндром с погрешностью не более 1 %».

Пункт 4.2 после слова «сумму» изложить в новой редакции: «массовых долей органических примесей, массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту и массовую долю альдегидов в пересчете на ацетальдегид в процентах».

Пункт 4.2.1.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором»;

второй абзац после слова «Колонка» дополнить словом: «хроматографическая»;

третий абзац изложить в новой редакции: «Интегратор электронный или измерительная лупа по ГОСТ 25706—83 и линейка металлическая по ГОСТ 427—75»;

четвертый абзац исключить;

(Продолжение см. с. 240)

(Продолжение изменения к ГОСТ 6006—78)

пятый абзац. Заменить единицу: мкл на мм³;
седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 3022—70 на ГОСТ 3022—80;
восьмой абзац изложить в новой редакции: «Азот газообразный (газ-носитель) по ГОСТ 9293—74 высшего сорта или гелий газообразный очищенный марки Б»;

десятый абзац после слова «хромосорб W» дополнить словом: «порохром I»;
дополнить абзацами (после одиннадцатого): «Изоамиловый спирт для хроматографии, х. ч., или спирт изоамиловый по ГОСТ 5830—79.

Бутиловый эфир уксусной кислоты для хроматографии, х. ч. или по ГОСТ 22300—76.

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—77».

Пункт 4.2.1.2. Первый абзац. Заменить значение: 10 на 10—15.

Пункт 4.2.1.3. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Расход газаносителя, см³/мин — 40—50»;

пятый абзац. Заменить значения: 20·10⁻¹⁰—100·10⁻¹⁰ на 2·10⁻¹⁰—5·10⁻¹⁰;

восьмой абзац. Заменить единицу: мкл на мм³;

девятый абзац. Заменить значение: 50 на 40—50;

одиннадцатый абзац после слова «единице» изложить в новой редакции: «Градуировочные коэффициенты определяют по ГОСТ 21533—76. Последовательность выхода компонентов из колонки, относительные объемы удерживания и градуировочные коэффициенты приведены в табл. 2»;

таблицу 2 изложить в новой редакции:

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	0,54
4. Бутиловый эфир уксусной кислоты	0,83	0,25	0,55
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	0,68
8. Бутанол-1	1,87	0,58	0,66
9. Изоамиловый спирт	2,47	0,74	0,66
10. Пентанол («внутренний эталон»)	—	1,00	—

(Продолжение см. с. 241)

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «В качестве «внутреннего эталона» при отсутствии в пробах пропилового спирта используют *n*-ксилол. При обнаружении в пробах пропилового спирта в качестве «внутреннего эталона» используют амиловый спирт и определяют градуировочные коэффициенты по ГОСТ 21553—76»;

последний абзац исключить.

Пункт 4.2.1.4 изложить в новой редакции: «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

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

где $m_{эТ}$ — 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;

$S_{эТ}$ — 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 допустимое расхождение равное 15 %»;

дополнить абзацем: «Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 10 % при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.2.1.5: «4.2.1.5. Массовую долю бутанола-1 (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей, %;

X_{H_2O} — массовая доля воды, определяемая в соответствии с п. 4.8, %»;

Пункт 4.3. Заменить слово: «пикнометром» на «денсиметром».

Пункт 4.5. Наименование и первый абзац изложить в новой редакции: «4.5. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026—86. При этом 247 см³ (200 г) препарата квалификации «чистый для анализа» и 127,5 см³ (100 г) препарата квалификации «чистый» помещают в кварцевую чашу (ГОСТ 19908—80) или выпарительную чашку (ГОСТ 9147—80) и выпаривают досуха на водяной бане. Далее определение проводят по ГОСТ 27026—86»;

второй—четвертый абзацы исключить;

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

Пункты 4.6—4.6.3 изложить в новой редакции:

«4.6. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

4.6.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретки 7—2—10 или 6—2—5 по ГОСТ 20292—74.

Пипетка 2—2—50 по ГОСТ 20292—74.

Колбы Кн-1—250—24/29 ТХС (ТС) или Кн-1—500—29/32 ТХС (ТХ) по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр 1 (2, 3, 4)—25 по ГОСТ 1770—74.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—87.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации c (NaOH) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83.

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

(Продолжение см. с. 242)

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1-77.

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 допустимое расхождение, равное 10 %.

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

Пункт 4.7. Первый абзац. Заменить слова: «(фотометрически или визуально)» на «(визуально)»;

последний абзац исключить.

Пункт 4.8 исключить.

Пункт 5.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «Вид и тип тары 3—1, 3—5, 8—1, 8—2»;

третий абзац дополнить значением: VII;

четвертый абзац. Заменить слово: «Склянки» на «Бутыли»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Транспортную тару маркируют в соответствии с ГОСТ 14192-77 с нанесением манипуляционных знаков «Осторожно, хрупкое!», «Верх не кантовать» и знаков опасности по ГОСТ 19433-81 (класс 3, подкласс 3.3, классификационный шифр 3313)».

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции:

«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».

(ИУС № 1 1989 г.)