



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**СПИРТ ИЗОБУТИЛОВЫЙ  
ТЕХНИЧЕСКИЙ**

**ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ**

**ГОСТ 9536—79**

**Издание официальное**

**Е**

**КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР  
Москва**

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

## СПИРТ ИЗОБУТИЛОВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

ГОСТ

Технические условия

9536-79

Technical isobutyl alcohol.  
SpecificationsВзамен  
ГОСТ 9536-73

ОКП 24 2154

Срок действия с 01.01.80  
до 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на технический изобутиловый спирт (изобутанол), получаемый оккосинтезом и предназначенный для использования в качестве растворителя в лакокрасочной промышленности, для производства эфиров и других продуктов.

Формула  $C_4H_{10}O$ 

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

Настоящий стандарт устанавливает требования к техническому изобутиловому спирту, изготавляемому для нужд народного хозяйства и для экспорта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Издание официальное

E

© Издательство стандартов, 1979

© Издательство стандартов, 1992

Переиздание с изменениями

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта ССР

дение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6. Определение массовой доли карбонильных соединений в пересчете на масляный альдегид.

4.6.1. Приборы, реактивы и растворы

pH-метр лабораторный.

Электроды каломельный или хлорсеребряный и стеклянный.

Мешалка магнитная.

Стакан В-100 ТУ по ГОСТ 25336—82.

Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup>.

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

Растворы буферные с pH 2,5—3,5 по ГОСТ 4919.2—77.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, спиртовой раствор, готовят следующим образом: 7 г гидроксиламина растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и доводят объем раствора этиловым спиртом до 1000 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.1—83.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Колбы 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.6.2. Проведение анализа

В стакан для потенциометрического титрования помещают 50 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина, перемешивают магнитной мешалкой и замеряют исходное pH.

Правильность показания pH-метра проверяют периодически по буферным растворам с известным pH.

Затем в стакан для титрования прибавляют 25 см<sup>3</sup> изобутилового спирта, pH содержимого стакана при этом уменьшается. При постоянном перемешивании магнитной мешалкой содержимое стакана оттитровывают из бюретки раствором гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до исходного pH, устойчивого в течение 1 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.6.3. Обработка результатов

Массовую долю карбонильных соединений в пересчете на масляный альдегид ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,0072 \cdot 100}{25 \cdot p}$$

где  $V$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,0072 — масса масляного альдегида, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г/см<sup>3</sup>;

25 — объем изобутилового спирта, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$\rho$  — плотность изобутилового спирта, определенная по ГОСТ 18995.1—73, разд. 1, г/см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 4.7. Определение массовой доли нелетучего остатка

##### 4.7.1. Посуда и аппаратура

Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147—80.

Пипетка 2—2—100 или 3—2—100 по ГОСТ 20292—74.

Баня водянная.

Шкаф сушильный.

Эксикатор.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

##### 4.7.2. Проведение анализа

100 см<sup>3</sup> изобутилового спирта пипеткой помещают в сухую чистую фарфоровую чашку, доведенную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, и выпаривают до суха на водянной бане в вытяжном шкафу.

Остаток сушат в сушильном шкафу при 100—150 °С до постоянной массы.

##### 4.7.3. Обработка результатов

Массовую долю нелетучего остатка ( $X_5$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{\rho \cdot 100},$$

где  $m$  — масса чашки с нелетучим остатком, г;

$m_1$  — масса чашки, г;

$\rho$  — плотность изобутилового спирта, определенная по ГОСТ 18995.1—73, разд. 1, г/см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

## **5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ**

5.1. Изобутиловый спирт транспортируют в автоцистернах или в специально выделенных железнодорожных цистернах с верхним сливом или универсальным сливным прибором.

Загрузочный люк цистерны закрывают крышкой с уплотнительной прокладкой и пломбируют металлической пломбой по ГОСТ 18677—73.

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

5.3. На каждую цистерну несмываемой краской наносят предупредительную надпись «Огнеопасно», а также трафарет приписки в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на транспорте данного вида.

5.4. Изобутиловый спирт хранят в специально оборудованных металлических резервуарах с соблюдением правил хранения огнеопасных веществ. Знак опасности класса 3.3 по ГОСТ 19433—88.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## **6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ**

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

6.2. Гарантийный срок хранения — три года со дня изготовления.

Разд. 5, 6. (Измененная редакция, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР**

### **РАЗРАБОТЧИКИ**

К. А. Алексеева, канд. хим. наук (руководитель темы);  
 А. В. Караман, канд. экон. наук, Т. Е. Краева, Г. П. Прокопенко, В. Д. Швайкова

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.02.79 № 789**

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 9536—73**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 427—75	4.3.1
ГОСТ 1770—74	4.4.1, 4.6.1
ГОСТ 2517—85	4.1
ГОСТ 3022—80	4.3.1
ГОСТ 3118—77	4.5.1
ГОСТ 4160—74	4.5.1
ГОСТ 4232—74	4.5.1
ГОСТ 4328—77	4.4.1, 4.6.1
ГОСТ 4457—74	4.5.1
ГОСТ 4919.1—77	4.4.1, 4.5.1
ГОСТ 4919.2—77	4.6.1
ГОСТ 5456—79	4.6.1
ГОСТ 6613—86	4.3.1
ГОСТ 6709—72	4.5.1, 4.6.1
ГОСТ 9147—80	4.3.1, 4.7.1
ГОСТ 9293—74	4.3.1
ГОСТ 10157—79	4.3.1
ГОСТ 10163—76	4.5.1
ГОСТ 14870—77	1.2, 4.3.4
ГОСТ 14871—76	1.2
ГОСТ 18300—87	4.4.1, 4.6.1
ГОСТ 18677—73	5.1
ГОСТ 18995.1—73	1.2, 4.4.3, 4.5.3, 4.6.3, 4.7.3
ГОСТ 19433—88	5.4
ГОСТ 20015—88	4.3.1
ГОСТ 20292—74	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1, 4.7.1
ГОСТ 25336—82	4.4.1, 4.5.1, 4.6.1

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 25706-83	4.3.1
ГОСТ 25794.1-83	4.4.1, 4.6.1
ГОСТ 25794.2-83	4.5.1
ГОСТ 27068-86	4.5.1
<b>5. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., марте 1989 г., апреле 1990 г. (ИУС 12-84, 7-89, 8-90)</b>	
<b>6. Срок действия продлен до 01.01.95 (Постановление Госстандарта СССР от 29.03.89 № 830)</b>	

Редактор *Р. Г. Говордосская*

Технический редактор *В. Н. Прусакова*

Корректор *Л. Д. Чехотина*

Сдано в наб. 14.10.91 Подп. в печ. 19.12.91 Усл. печ. л. 1,0 Усл. кр.-отт. 1,0 Уч.-над. л. 0,90  
Тираж 4000 Цена 40 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123657, Москва, ГСП,  
Новопресненский пер., 3  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 25б. Зак. 1961

Таблица 1

Название показателя	Норма		Метод анализа
	Высший сорт ОКП 24 2154 0130	Первый сорт ОКП 24 2154 0140	
1. Цветность по платиново-желтковой шкале, не более	7	15	По ГОСТ 14871-76
2. Плотность при 20 °C, г/см <sup>3</sup>	0,801—0,803	0,801—0,803	По ГОСТ 18995.1-73, разд. 1
3. Массовая доля изобутилового спирта, %, не менее	99,3	98,5	По п. 4.3
4. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,003	0,005	По п. 4.4
5. Бромное число, г брома на 100 г спирта, не более	0,02	0,10	По п. 4.5
6. Массовая доля карбонильных соединений в пересчете на масляный альдегид, %, не более	0,03	0,10	По п. 4.6
7. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0025	0,0030	По п. 4.7
8. Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,2	По ГОСТ 14870-77, разд. 2

(Измененная редакция, Изм. № 3).

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Изобутиловый спирт относится к числу токсичных продуктов третьего класса опасности.

Пары его могут вызывать раздражение глаз и слизистых оболочек дыхательных путей. При попадании на кожу вызывает раздражение.

Предельно допустимая концентрация паров изобутилового спирта в воздухе рабочей зоны — 10 мг/м<sup>3</sup>, в воздухе населенных мест — 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. При работе с изобутиловым спиртом должны применяться герметичные аппараты, оборудование и средства транспортирования.

Помещения, в которых проводят работы с изобутиловым спиртом, должны быть обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией, а оборудование — местными отсосами.

2.3. При сливо-наливных операциях необходимо строго соблюдать требования правил защиты от статического электричества

в производствах химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. В помещениях для хранения и применения изобутианола запрещается обращение с открытым огнем, а также использование инструментов, дающих при ударе искру.

Электрооборудование и искусственное освещение должны быть выполнены во взрывобезопасном исполнении.

2.5. Средства защиты органов дыхания — фильтрующий промышленный противогаз с коробкой марки А или БКФ.

При наличии в воздухе концентраций раздражающих глаза, применяют защитные очки типа ПО-1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.6. Меры первой помощи: содовые полоскания, содовые и масляные ингаляции, прием горячего молока с содой или щелочной минеральной водой, при попадании на кожу и глаза — промывка водой.

2.7. Изобутиловый спирт относится к числу пожаро-взрывоопасных продуктов.

Температура вспышки в закрытом тигле 28 °С.

Температура самовоспламенения 390 °С.

Область воспламенения паров в смеси с воздухом 1,84—7,3 % (по объему).

Температурные пределы воспламенения, °С:

нижний 26.

верхний 50.

Категория и группа взрывоопасности — 1T2.

2.8. Для тушения горящего спирта использовать тонкораспыленную воду, химическую и воздушно-механическую пену.

2.9. При разливе изобутилового спирта, его убирают, посыпая место разлива песком. Пропитанный изобутиловым спиртом песок выносят в специально отведенное место. Остатки продукта смывают водой в дренажную емкость или химсток.

Работы по уборке следует проводить при включенной вентиляции с применением фильтрующего противогаза.

### 3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Технический изобутиловый спирт принимают партиями. Партией считают каждую цистерну, наполненную изобутиловым спиртом одного сорта, сопровождающую документом о качестве. Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя или его товарный знак;
- наименование продукта и его сорт;
- номер партии и номер цистерны;

- дату изготовления продукта;
- результаты проведенных анализов;
- дату выдачи документа о качестве;
- обозначение настоящего стандарта.

На предприятии-изготовителе допускается за партию продукта принимать содержимое одного товарного резервуара, из которого отбирают пробу для анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.2. Для проверки качества технического изобутилового спирта пробы отбирают от каждой цистерны.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ пробы, отобранный от удвоенной выборки той же партии или удвоенного количества пробы из цистерны. Результаты повторного анализа распространяются на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—85.

4.2. Отобранные точечные пробы, соединяют вместе и тщательно перемешивают. Полученную объединенную пробу объемом не менее 1000 см<sup>3</sup> делят на две равные части. Одну часть пробы анализируют, другую помещают в чистую сухую склянку, плотно закупоривают пробкой из материала, не растворяющегося в изобутиловом спирте, и пломбируют. На склянку наклеивают этикетку с обозначением: наименования продукта, даты изготовления, наименования настоящего стандарта, номера партии, даты и места отбора пробы, должности и подписи лица, отдавшего пробу.

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3. Определение массовой доли изобутилового спирта

Массовую долю изобутилового спирта рассчитывают, вычитая из 100 % сумму массовых долей примесей, определяемых методом газожидкостной хроматографии с применением «внутреннего эталона» и воды.

4.3.1. Аппаратура и реактивы

Хроматограф газовый с газохроматографическим детектором ионизации в пламени.

Микрошприц.

Колонки хроматографические диаметром 3—4 мм и длиной 3—6 м.

Носитель твердый — динохром-Н или хроматон-Н, или сферохром-2, или хромосорб-В, или поролит с частицами размером 0,160—0,200 или 0,200—0,315 мм.

Фаза неподвижная — полиэтиленгликоль (ПЭГ) марки М — 1500—2000 или полиэтиленгликолъадипинат.

Газ-носитель — гелий или азот по ГОСТ 9293—74 или аргон по ГОСТ 10157—79.

Воздух сжатый для питания приборов.

Водород технический по ГОСТ 3022—80.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015—88;

«Эталон внутренний» — н-амиловый спирт с массовой долей основного вещества не менее 98 % или изоамиловый спирт марки «для хроматографии».

Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 300 °С.

Линейка металлическая по ГОСТ 427—75.

Лупа по ГОСТ 25706—83.

Посуда фарфоровая лабораторная по ГОСТ 9147—80.

Набор сит с сетками по ГОСТ 6613—86 или аналогичными.

Баня водяная.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 4.3.2. Подготовка к анализу

##### 4.3.2.1. Проверка чистоты н-амилового спирта «внутреннего эталона».

Массовую долю основного вещества в н-амиловом спирте проверяют по данной методике с обсчетом хроматограммы методом нормализации и с учетом содержания воды.

##### 4.3.2.2. Приготовление твердого носителя

Твердый носитель просушивают в сушильном шкафу при 150—160 °С в течение 5—6 ч, охлаждают и просеивают через сито, отбирая фракцию частицами размером 0,160—0,200 мм или 0,200—0,315 мм.

##### 4.3.2.3. Приготовление насадки

Насадку с массовой долей неподвижной фазы 10 % готовят следующим образом: 5 г неподвижной фазы растворяют в 150—200 см<sup>3</sup> хлороформа и прибавляют 45 г твердого носителя. Растворитель медленно выпаривают на водяной бане при 60—80 °С при непрерывном помешивании.

Колонку заполняют насадкой, при легком постукивании помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору стабилизируют, продувая газом-носителем со скоростью 50—70 см<sup>3</sup>/мин при медленном подъеме температуры до (100±5) °С в течение не менее 2 ч.

При 100 °С насадку выдерживают до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора, но не менее 12 ч.

Вывод газового хроматографа на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Условия хроматографического разделения и параметры детектирующей системы должны обеспечивать определение примесей при их массовой доле в продукте 0,01 %.

#### 4.3.2.4. Режим работы хроматографа

Длина колонки, м . . . . .	3—6
Внутренний диаметр колонки, мм . . . . .	3—4
Температура термостата, °С . . . . .	80—90
Температура испарителя, °С . . . . .	130—150
Расход газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин . . . . .	30—60
Объем пробы, мкл . . . . .	0,5—4
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч . . . . .	200—240

В качестве «внутреннего эталона» применяют *n*-амиловый спирт (или изоамиловый спирт в случае отсутствия его в анализируемой пробе).

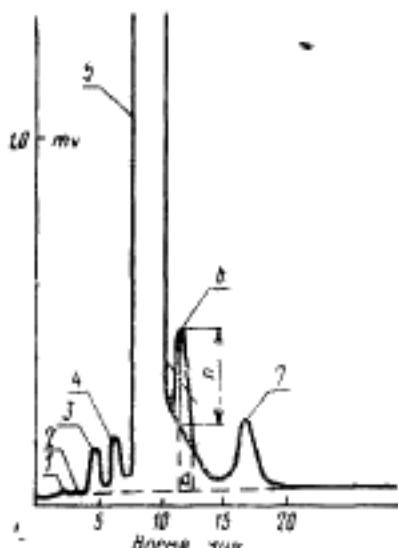
Хроматограмму снимают при наивысшей чувствительности регистрирующей шкалы самописца.

#### 4.3.3. Проведение анализа

В анализируемую пробу (2—5 г), взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, добавляют 0,25—0,80 % «внутреннего эталона», тщательно перемешивают и вводят микрошприцем в испаритель хроматографа установленный объем.

Порядок выхода компонента и относительное время удерживания указаны на хроматограмме (см. чертеж) и в табл. 2.

Типовая хроматограмма технического изобутилового спирта



1 — изомасляный альдегид+дизобутиловый эфир; 2 — *n*-масляный альдегид+бутилизобутиловый эфир; 3 — дибутиловый эфир; 4 — *n*-бутилформнат; 5 — изобутиловый спирт; 6 — *n*-бутиловый спирт; 7 — *n*-амиловый спирт

Таблица 2

Компонент	Относительное время удерживания
Изомасляный альдегид	0,12—0,14
Дизобутиловый эфир	0,12—0,14
<i>n</i> -Масляный альдегид	0,18—0,20
Бутилизобутиловый эфир	0,18—0,20
Дибутиловый эфир	0,21—0,27
<i>n</i> -Бутилформнат	0,29—0,37
Изобутиловый спирт	0,41—0,50
<i>n</i> -Бутиловый спирт	0,60—0,68
Изоамиловый спирт	0,71—0,80*
<i>n</i> -Амиловый спирт	1,0

\* Относительное время удерживания изоамилового спирта, в случае наличия его в анализируемой пробе

На хроматограмме замеряют площади пиков «внутреннего эталона» и всех примесей.

4.3.2.2—4.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.4. Обработка результатов

Площадь пика ( $S$ ) в  $\text{мм}^2$  вычисляют по формуле

$$S = h \cdot b,$$

где  $h$  — высота пика, мм;

$b$  — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм, при этом принимают во внимание ширину линии, очерчивающей пик.

Измерение ширины пика проводят от внешней линии правой стороны до внутренней линии левой стороны пика измерительной лупой.

Высота пика примесей, кроме н-бутанола, соответствует отрезку от нулевой линии хроматограммы до вершины пика.

Высота пика н-бутанола замеряется от нисходящей ветви пика изобутилового спирта до вершины пика н-бутанола, ширина пика — проекция средней линии на основную нулевую (см. чертеж). Высоту измеряют линейкой.

Сумму массовых долей примесей ( $\Sigma X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$\Sigma X = \frac{m \cdot X_{\text{эт}} \cdot \Sigma S}{S_{\text{эт}}} \cdot$$

где  $m$  — отношение массы навески «внутреннего эталона» к массе навески анализируемого продукта;

$X_{\text{эт}}$  — массовая доля основного вещества во «внутреннем эталоне», %;

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

$\Sigma S$  — сумма площадей пиков примесей,  $\text{мм}^2$ .

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Массовую долю изобутилового спирта ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 - (\Sigma X + X_b),$$

где  $X_b$  — массовая доля воды в изобутиловом спирте, определяемая по ГОСТ 14870—77, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.4. Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

4.4.1. Посуда, реактивы и растворы

Пипетка 2—1—50, 2—2—50 по ГОСТ 20292—74.

Колба Кн-250—34 ТУ, К-1—250—29/32 ТС, К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336—82.

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

Цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации с (NaOH) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83.

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

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 4.4.2. Проведение анализа

50 см<sup>3</sup> анализируемого изобутилового спирта пипеткой помешают в коническую колбу, затем прибавляют 25 см<sup>3</sup> этилового спирта, нейтрализованного в присутствии фенолфталеина раствором гидроокиси натрия и две капли раствора фенолфталеина. Содержимое колбы тщательно перемешивают и титруют раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 20 с.

#### 4.4.3. Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,0006 \cdot 100}{50 \cdot p} ,$$

где  $V$  — объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$p$  — плотность изобутилового спирта, определенная по ГОСТ 18995.1—73, разд. 1, г/см<sup>3</sup>;

50 — объем изобутилового спирта, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

0,0006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г/см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемого расхождения, равного 10 % при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 4.5. Определение бромного числа

##### 4.5.1. Посуда, реактивы и растворы

Пипетки вместимостью 2, 5, 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 20292—74.

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

Колба Кн-2—100—22ТХС или Кн-1—100—19/26ТС по ГОСТ 25336—82.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, раствор с массовой долей 5%.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457-74.

Калий бромистый по ГОСТ 4160-74.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068-86, раствор концентрации с  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 0,5 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1-77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, свежеперегнанная.

Раствор бромид-броматный концентрации с  $(1/6 \text{ KBrO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.2-83.

Колбы 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770-74.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

#### 4.5.2. Проведение анализа

25 см<sup>3</sup> изобутилового спирта вносят пипеткой в коническую колбу с притертой пробкой, добавляют 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты и охлаждают содержимое колбы в воде со льдом в течение 5 мин. Затем приливают из бюретки при перемешивании бромид-броматный раствор до появления неисчезающей желтой окраски и, плотно закрыв пробкой, оставляют в покое при охлаждении на 3 мин в темном месте; при исчезновении желтой окраски раствор необходимо дотитровать.

После этого добавляют в колбу 5 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, закрывают пробкой, оставляют в покое в течение 3 мин и титруют из бюретки выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания.

#### 4.5.3. Обработка результатов

Бромное число ( $X_3$ ) в граммах брома на 100 г спирта вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,008 \cdot 100}{25 \cdot \rho},$$

где  $V$  — объем бромид-броматного раствора концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,008 — масса брома, соответствующая 1 см<sup>3</sup> бромид-броматного раствора концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г/см<sup>3</sup>;

25 — объем изобутилового спирта, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$\rho$  — плотность изобутилового спирта, определенная по ГОСТ 18995.1-73, разд. 1, г/см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхож-