

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

РЕАКТИВЫ

АЦЕТИЛАЦЕТОН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Б3 5—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

Реактивы**АЦЕТИЛАЦЕТОН****ГОСТ
10259—78****Технические условия**

Reagents. Acetylacetone. Specifications

ОКП 26 3321 0030 01

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на ацетилацетон (пентандион-2,4), который представляет собой бесцветную жидкость; мало растворим в воде, смешивается во всех соотношениях со спиртом, эфиром и хлороформом.

Формулы:

эмпирическая $C_5H_8O_2$,
структурная $CH_3COCH_2COCH_3$.

Молекулярная масса (по международным атомным массам 1971 г.) — 100,12.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3321 0032 10	Чистый (ч.) ОКП 26 3321 0031 00
1. Массовая доля ацетилацетона ($C_5H_8O_2$), %, не менее	99,5	99,0
2. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,005	0,010
3. Чувствительность к железу	1:1000000	Не нормируется
4. Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту (CH_3COOH), %, не более	0,1	0,5
5. Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Ацетилацетон представляет собой легковоспламеняющуюся жидкость, с сильными окислителями возгорается, с водой не взаимодействует. Температура вспышки (в закрытом тигле) 34 °С. Температура вспышки (в открытом тигле) 41 °С. Температура самовоспламенения 340 °С.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1979
 © ИПК Издательство стандартов, 1999
 Переиздание с Изменениями

Пары ацетилацетона образуют с воздухом взрывоопасные смеси. Нижний предел воспламенения в смеси с воздухом 1,7 % (объемных).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Работы с ацетилацетоном следует проводить вдали от огня, в хорошо вентилируемом помещении. В случае загорания для тушения применяют химическую пену и порошковые составы.

2.3. Ацетилацетон обладает наркотическим действием. При работе с ним следует применять индивидуальные средства защиты (фильтрующие промышленные противогазы марки А, резиновые перчатки, защитные очки), не допуская попадания препарата на кожные покровы и слизистые оболочки, а также соблюдать правила личной гигиены.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

3.2. Массовую долю нелетучего остатка и чувствительность к железу изготовитель определяет периодически в каждой 10-й партии.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го или 4-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 250 г. Объем ацетилацетона, необходимый для анализа, отбирают пипеткой вместимостью 50 см³ с резиновой грушей.

4.2. Массовую долю ацетилацетона определяют газохроматографическим методом, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей, массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту и массовую долю воды в процентах.

4.2.1. Определение массовых долей органических примесей

4.2.1.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм. Допускается применять колонки внутренним диаметром 4—6 мм; в этом случае рабочие условия анализа подбирают экспериментально.

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

Микрошприц вместимостью 10 мм³.

Шкаф сушильный.

Азот газообразный технический (газ-носитель) по ГОСТ 9293, высший сорт.

Водород технический по ГОСТ 3022 или полученный на системе газоснабжения СГС-2.

Воздух класса 1 по ГОСТ 17433 или воздух для питания контрольно-измерительных приборов из линии.

Фаза жидккая неподвижная 1, 2, 3-три(бета-циан-этокси)пропан (ТРИС) для хроматографии, ч.д.а.

Носитель твердый-динохром П — с зернами размером 0,25—0,315 мм. Допускается использовать хромосорб W (0,25—0,35 мм) и хроматон N (0,20—0,25 мм).

Ацетон по ГОСТ 2603.

2-Бутанон (метилэтилкетон) для хроматографии.

Бутиловый эфир уксусной кислоты (бутилацетат) для хроматографии.

Метилацетат для хроматографии.

Мезитила окись.

4.2.1.2. Подготовка к анализу

1, 2, 3-Трис(бета-циан-этокси) пропан в количестве 15 % от массы твердого носителя растворяют в ацетоне, в раствор при постоянном помешивании насыпают носитель, избыток ацетона удаляют при нагревании на водяной бане, а затем в сушильном шкафу при 120 °С.

Заполнение хроматографической колонки проводят по ГОСТ 21533.

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

4.2.1.3. Массовые доли органических примесей определяют при следующих условиях:

температура колонки	110—115 °С
температура испарителя	(165±10) °С
расход азота (газа-носителя)	(35±5) см ³ /мин
расход водорода	(30±5) см ³ /мин
расход воздуха	(300±50) см ³ /мин
пределы измерения	10·10 ⁻¹⁰ мА
шкала потенциометра	10 мВ
скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч
объем анализируемой пробы	(1±0,1) мм ³
продолжительность анализа	30 мин

При установленном режиме в испаритель хроматографа микрошприцем вводят соответствующий объем анализируемой пробы.

Массовые доли органических примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют 2-бутанон, который добавляют в анализируемый препарат в количестве от 0,1 до 0,3 % от массы пробы.

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

Таблица 2а*

Наименование компонента	Относительное время удерживания
1. Метилацетат	0,7
2. Ацетон	0,8
3. 2-Бутанон («внутренний эталон»)	1,00
4. Бутилацетат	1,2
5. Окись мезитила	2,0
6. Неидентифицированная примесь	2,2
7. Ацетилацетон	3,8

4.2.2. Обработка результатов

Площади пиков 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 органических примесей (ΣX_i) в процентах вычисляют по формуле

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

где S_i — площадь пика i -того компонента, мм²;

K_i — градуировочный коэффициент i -того компонента;

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

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

m — масса анализируемой пробы, г.

* Табл. 2. (Исключена, Изм. № 1).