



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

**РЕАКТИВЫ
АЦЕТИЛАЦЕТОН**

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 10259-78

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

Москва

РАЗРАБОТАН Министерством химической промышленности

ИСПОЛНИТЕЛИ

**А. Л. Лифиц, К. Г. Уланова, О. В. Нагорная, В. Е. Шевченко, Т. Л. Нежевенко,
Т. В. Грязнов, Т. Г. Манова, И. Л. Ротенберг, Н. П. Никонова, Л. В. Кидиярова,
И. В. Жарова**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии К. Ф. Ростунов

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государствен-
ного комитета СССР по стандартам от 1 ноября 1978 г. № 2852**

ГОСТ 10259—78 Реактивы. Ацетилацетон. Технические условия (см. изменение № 1, ИУС № 12—88)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 5.1	На тару наносят манипуляционные знаки «Осторожно, хрупкое!», «Верх не кантовать!», «Бойтса сырости» в соответствии с ГОСТ 14192—77 и знаки опасности по ГОСТ 19433—81 (класс 3, подкласс 3.3, классификационный шифр 3313).	На тару наносят манипуляционные знаки «Хрупкое осторожно», «Верх», «Беречь от влаги» в соответствии с ГОСТ 14192—77 и знаки опасности по ГОСТ 19433—88 (классификационный шифр 3313, черт. 3, класс 3, подкласс 3.3); серийный номер ООН 1993.

(ИУС № 11 1991 г.)

**Реактивы
АЦЕТИЛАЦЕТОН****Технические условия**

Reagents Acetylacetone. Specifications

**ГОСТ
10259—78****Взамен
ГОСТ 10259—73**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 ноября 1978 г. № 2852 срок действия установлен

с 01.07 1979 г.
до 01.07 1984 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на реактив — ацетил-ацетон (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.

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)	Чистый (ч.)
1. Массовая доля ацетилацетона ($C_5H_8O_2$), %, не менее	99,5	99,0
2. Плотность, ρ при 20°C. г/см ³	0,973—0,976	0,971—0,976
3. Показатель преломления, n_D^{20}	1,4510—1,4530	1,4500—1,4530
4. Массовая доля остатка после выпаривания, %, не более	0,005	0,010
5. Смешиваемость с водой	Должен выдерживать испытание по п. 4.6.	
6. Чувствительность к железу	1:1000000	Не нормируется
7. Кислотность в пересчете на CH_3COOH , %, не более	0,1	0,5
8. Массовая доля воды, %, не более	0,05	0,2

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

Производство ацетилацетона по пожароопасности относится к категории Б (группа Т2) СНиП П. М. — 2.72 и ПУЭ).

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 механической

вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

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 500 г. Количество ацетилацетона, необходимое для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром по объему с погрешностью не более 1%.

4.2. Определение массовой доли ацетилацетона
Массовую долю ацетилацетона определяют по разности, вычитая из 100% сумму органических примесей, кислотности и воды в процентах.

4.2.1. Определение массовой доли органических примесей

4.2.1.1. Приборы и реактивы

Хроматограф газовый аналитический с детектором ионизации в пламени.

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

Линейка металлическая по ГОСТ 427—75.

Лупа измерительная по ГОСТ 8309—75.

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Шкаф сушильный.

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

Водород технический по ГОСТ 3022—70.

Воздух для питания приборов по ГОСТ 11882—73 или из линии.

Фаза жидкая неподвижная трис-цианэтоксипропан (ТРИС).

Носитель твердый-динохром II — 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—71.

Метилэтилкетон для хроматографии.

Диизопропиловый эфир для хроматографии.

4.2.1.2. Подготовка к анализу

Трис-цианэтоксипропан 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°C.

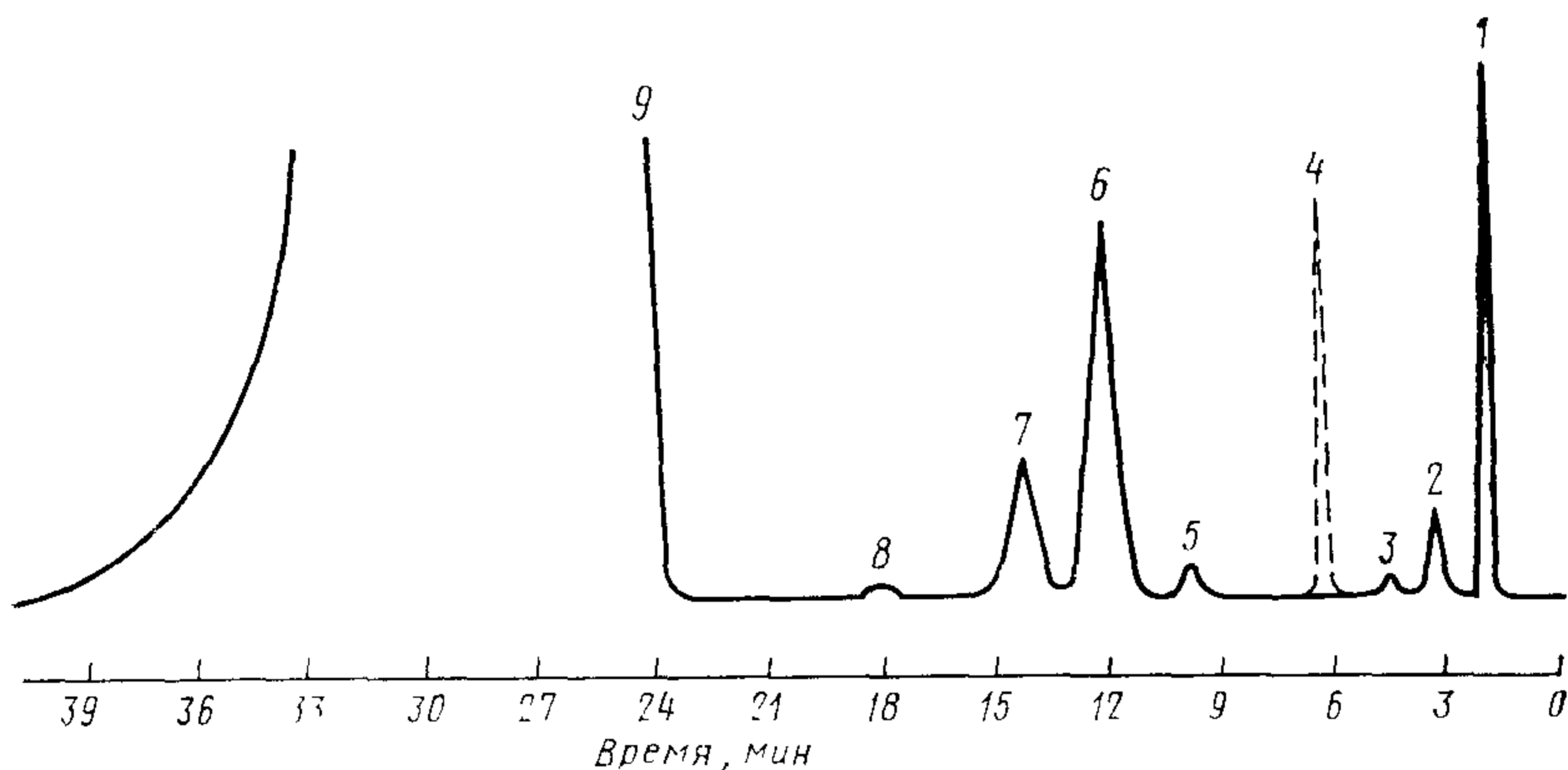
Заполнение хроматографической колонки проводят по ГОСТ 21533—76.

Режим работы хроматографа

Температура колонки, °С	110—115
Температура испарителя, °С	165
Скорость азота (газа-носителя), мл/мин	30—40
Входное сопротивление, Ом	10 ⁷
Шкала регистратора, мВ	100
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	400
Объем вводимой пробы, мкл	1

Последовательность выхода компонентов из колонки указана на чертеже и табл. 2.

Типовая хроматограмма ацетилацетона



1 — диизопропиловый эфир, 2 — неидентифицированная примесь, 3 — ацетон, 4 — метилэтилкетон; 5, 6, 7, 8 — неидентифицированная примесь, 9 — ацетилацетон.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительные объемы удерживания
1. Диизопропиловый эфир	1,00
2. Неидентифицированный компонент	1,60
3. Ацетон	2,30
4. Метилэтилкетон	3,00
5. Неидентифицированный компонент	4,62
6. Неидентифицированный компонент	6,00
7. Неидентифицированный компонент	6,70
8. Неидентифицированный компонент	7,72
9. Ацетилацетон	14,90

4.2.1.3. Проведение анализа

Расчет хроматограммы проводят методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют метилэтилке-

тон или диизопропиловый эфир, который добавляют в анализируемый препарат в количестве 0,1—0,3% от массы анализируемой пробы. Для повышения точности приготавливают смесь двукратным разбавлением.

4.2.2. Обработка результатов

Площади пиков (S) мм² определяют как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на середине высоты. Измерения производят с помощью металлической линейки и измерительной лупы.

Суммарную массовую долю примесей (ΣX_i) в процентах вычисляют по формуле

$$\Sigma X_i = \frac{\Sigma S_i \cdot P}{S_{\text{эт}}},$$

где

S_i — площадь пика i -ного компонента, мм²;

P — массовая доля введенного вещества-эталона, %;

$S_{\text{эт}}$ — площадь пика вещества-эталона, мм².

Массовую долю ацетилацетона (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_1 + X_{\text{воды}}),$$

где

ΣX_i — суммарная массовая доля органических примесей, %;

X_1 — кислотность, определяемая по п. 4.8, %;

$X_{\text{воды}}$ — массовая доля воды, определяемая по п. 4.9, %.

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

4.3. Плотность определяют денсиметром по ГОСТ 18995.1—73.

4.4. Показатель преломления определяют по ГОСТ 18995.2—73.

4.5. Определение массовой доли остатка после выпаривания

41 мл (40 г) препарата помещают в платиновую чашку, предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, и выпаривают на кипящей водяной бане досуха. Остаток в чашке сушат в сушильном шкафу при 105—110°C до постоянной массы.

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

для препарата чистый для анализа — 2 мг;

для препарата чистый — 4 мг.

4.6. Определение смешиваемости с водой

5 мл препарата смешивают с 100 мл дистиллированной воды (ГОСТ 6709—72) в конической колбе вместимостью 150 мл (с притертой пробкой).

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если при наблюдении через 1 ч на черном фоне анализируемый раствор не будет отличаться от воды, помещенной в такую же колбу.

4.7. Определение чувствительности к железу

4.7.1. Реактивы, растворы и посуда

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Раствор, содержащий Fe; готовят по ГОСТ 4212—76.

Раствор препарата; готовят растворением 0,5 мл препарата в 100 мл воды.

Пробирки стеклянные, тип ПЧ по ГОСТ 10515—75.

4.7.2. Проведение анализа

В три пробирки вместимостью 15—20 мл каждая помещают: в первую — 0,005 мг Fe, во вторую — 0,015 мг Fe, третью пробирку оставляют для контрольного раствора. Во все три пробирки прибавляют по 1 мл раствора препарата, доводят объемы растворов водой до 5 мл и перемешивают.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если через 5 мин в проходящем свете на фоне молочного стекла желтовато-розовая окраска раствора в первой пробирке будет отличаться от окраски контрольного раствора и во всех пробирках разница в интенсивности окрасок будет отчетливо видна.

4.8. Определение кислотности в пересчете на CH_3COOH

4.8.1. Реактивы и растворы

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517—75.

Бромкрезоловый пурпуровый (индикатор), 0,1%-ный водно-спиртовой раствор; готовят по ГОСТ 4919.1—77.

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

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный раствор, нейтрализованный по бромкрезоловому пурпуровому и охлажденный до 0°C.

4.8.2. Проведение анализа

20 мл раствора хлористого натрия помещают в делительную воронку вместимостью 100 мл, прибавляют 10 мл препарата и встряхивают в течение 3 мин. После расслаивания водный слой фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100 мл; к фильтрату прибавляют 0,1 мл раствора бромкрезолового пурпурового и титруют его раствором гидроокиси натрия до перехода окраски раствора от желтой к фиолетовой.

4.8.3. Обработка результатов

Кислотность в пересчете на CH_3COOH (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,006005 \cdot 100}{V_1 \cdot \rho},$$

где

ρ — плотность препарата, определяемая по п. 4.3, г/см³;

V — объем точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, мл;

V_1 — объем препарата, взятый для анализа, мл;

0,006005 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

4.9. Определение массовой доли воды

Определение проводят по ГОСТ 14870—77 с реактивом Фишера электрометрическим или визуальным (способ 1 или 2) титрованием.

Навеска препарата — около 4 г (4,1 мл).

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: Ао-1, Со-1, Со-6ф, Со-6 (от 250 г и выше).

На таре должна быть этикетка с надписями «Огнеопасно!» и «Взрывоопасно!».

Группа фасовки: III, IV, V.

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 сухом прохладном помещении для огнеопасных веществ, не допуская воздействия прямых солнечных лучей.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие ацетил-ацетона требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения и транспортирования, установленных стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения препарата — два года со дня изготовления. По истечении указанного срока перед использованием препарат должен быть проверен на соответствие его качества требованиям настоящего стандарта.

Редактор *А. С. Пшеничная*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *А. Г. Старовтин*

Сдано в набор 23.11.78 Подп. в печ. 26.01.79 0,625 п. л. 0,44 уч. изд. л. Тир 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д-57 Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов ул. Московская 256 Зак. 3311