ГОСТ 2603—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

АЦЕТОН

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 547.284.3—41:006.354 Группа Л52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

АЦЕТОН

Технические условия

ГОСТ 2603—79

Reagents. Acetone. Specifications

МКС 71.040.30
ОКП 26 3321 0040 10

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на ацетон, который представляет собой прозрачную, бесцветную, легковоспламеняющуюся жидкость с характерным запахом, смешивающуюся в любых соотношениях с водой, спиртом и эфиром; растворяется в хлороформе.

Формулы: эмпирическая C_3H_6O

структурная $CH_3—\overset{\overset{O}{\|}}{C}—CH_3$

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 58,08.

Температура кипения 55,5—56,5 °С, плотность 0,790—0,791 г/см³.

Допускается изготовлять ацетон по ИСО 6353-2—83 (Р.2) (приложение 1) и проводить анализы по ИСО 6353-1—82 (приложение 2).

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

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

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 3321 0042 08	Чистый (ч.) ОКП 26 3321 0041 09
1. Массовая доля ацетона (C_3H_6O), %, не менее	99,75	99,50
2. Массовая доля спиртов (CH_3OH), %, не более	0,05	0,05
3. Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0005	0,0005
4. Массовая доля кислот (CH_3COOH), %, не более	0,0012	0,002
5. Массовая доля щелочей (NH_3), %, не более	0,001	0,001
6. Массовая доля альдегидов (CH_2O), %, не более	0,002	0,002
7. Массовая доля веществ, восстанавливающих $KMnO_4$ (O), %, не более	0,00006	0,0001
8. Массовая доля воды, %, не более	0,20	0,40
9. Содержание нерастворимых в воде органических примесей	Должен выдерживать испытание по п. 4.10	

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1979
© Стандартинформ, 2006

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. По степени воздействия на организм ацетон относят к малоопасным веществам (4-й класс опасности по ГОСТ 12.1.005).

Ацетон обладает наркотическим действием, поражает центральную нервную систему.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров ацетона в воздухе рабочей зоны — 200 мг/м^3.

2.2. Ацетон — легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки минус 18 °С. Температура самовоспламенения 535 °С. Концентрационные пределы распространения пламени (воспламенения) (по объему): нижний — 2,7 %, верхний — 13 %. Температурные пределы распространения пламени (воспламенения): нижний — минус 20 °С, верхний — плюс 6 °С.

Ацетон образует с воздухом взрывоопасные смеси категории IIA, группы T1.

2.3. При работе с ацетоном необходимо применять средства индивидуальной защиты. Не допускать попадание препарата внутрь организма и на кожные покровы.

Помещения, в которых проводят работу с ацетоном, должны быть оборудованы непрерывнодействующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

2.4. Работы с ацетоном следует проводить вдали от огня.

Средства пожаротушения: распыленная вода, пена, порошок ПСБ (крупные проливы), углекислота, вода (малые очаги).

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

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

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применять другие средства измерения с метрологическими характеристиками и оборудование с техническими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 1,4 кг (1,7 дм^3). Количество ацетона, необходимое для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или мерным цилиндром с погрешностью не более 1 % (по объему).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2. Определение массовой доли ацетона

Массовую долю ацетона определяют по разности, вычитая из 100 % сумму массовых долей органических примесей и воды в процентах.

4.2.1. *Определение массовой доли органических примесей*

Метод заключается в газохроматографическом разделении примесей, «внутреннего эталона» и основного компонента, определении примесей с помощью пламенно-ионизационного детектора и обработке результатов по методу «внутреннего эталона».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.1.1. *Приборы, материалы и реактивы*

Хроматограф газовый аналитический с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка газохроматографическая длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц вместимостью 10 мм^3.

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

Шкаф сушильный.

Газ-носитель (азот газообразный технический высшего сорта по ГОСТ 9293).

Газы вспомогательные (водород технический по ГОСТ 3022 и воздух).

Носитель твердый с минимальными адсорбционными свойствами с частицами размеров 0,200—0,315 мм (динохром II, хромосорб PAW, хроматон N, целит 545 или другой твердый носитель).

Фаза неподвижная (полиэтиленгликоль 300 или другая жидкая фаза).

«Внутренний эталон» (спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта).

Альдегид уксусный технический по нормативной документации, высшего сорта.

Хлороформ по ГОСТ 20015, технический.

Метанол-яд по ГОСТ 6995, х.ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2.1.2. *Подготовка к анализу*

Приготовление насадки

Полиэтиленгликоль в количестве 10 % от массы твердого носителя растворяют в хлороформе. Объем хлороформа должен быть таким, чтобы твердый носитель был покрыт раствором жидкой фазы. При помешивании в раствор засыпают твердый носитель, высушенный при 150 °С в сушильном шкафу. Избыток хлороформа удаляют нагреванием массы на водяной бане при постоянном помешивании, затем сушат в сушильном шкафу при 80 °С в течение 1 ч.

Колонку заполняют по ГОСТ 21533. Включение и пуск прибора осуществляют в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

Условия работы хроматографа

Температура колонки, °С	65—70
Температура испарителя, °С	150
Расход азота (газа-носителя), $см^3$/мин	45
Шкала усилителя, А	$10 \cdot 10^{-10}$—$50 \cdot 10^{-10}$
Скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	600
Объем анализируемой пробы, $мм^3$	2
Продолжительность анализа, мин	25

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.2.1.3. *Проведение анализа*

Массовую долю примесей определяют методом «внутреннего эталона». В качестве «внутреннего эталона» используют этиловый спирт, который добавляют в препарат в количестве 0,05 % от массы анализируемой пробы. При установившемся режиме в испаритель хроматографа вводят с помощью микрошприца соответствующий объем анализируемой пробы.

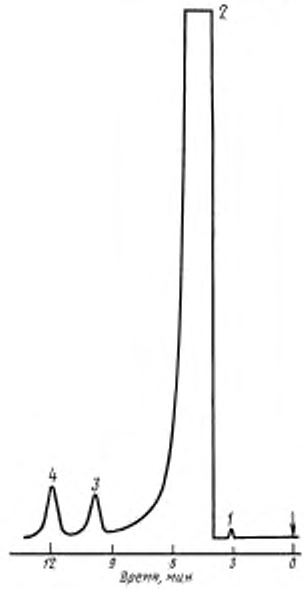
Неподвижная фаза и носитель должны быть подобраны так, чтобы обеспечить разделение пиков ацетона, примесей (метанола и уксусного альдегида) и «внутреннего эталона».

Последовательность выхода компонентов из колонки, относительные объемы удерживания и ориентировочные значения градуировочных коэффициентов приведены в табл. 2 и на черт. 1.

Таблица 2

Наименование компонента	Относительный объем удерживания	Градуировочный коэффициент
Уксусный альдегид	0,25	2,00
Метанол	0,83	2,00
Этиловый спирт «внутренний эталон»	1,00	1,00

Типовая хроматограмма ацетона



1 — уксусный альдегид; *2* — ацетон; *3* — метанол; *4* — этиловый спирт «внутренний эталон»

Черт. 1

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2.2. *Обработка результатов*

4.2.2.1. Площади пиков определяют, как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты. Измерения проводят с помощью металлической линейки и измерительной лупы.

Допускается определять площадь пиков с помощью электронного интегратора или планиметра.

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

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

где C — 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.

Градуировочные коэффициенты определяют по искусственным смесям, близким по составу к анализируемой пробе, по ГОСТ 21533.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01 % при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.2.2.2. Массовую долю ацетона (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - (\Sigma X_i + X_4),$$

где ΣX_i — сумма массовых долей органических примесей, %;

X_4 — массовая доля воды, определяемая по п. 4.9, %.

4.2.2.3. Допускается массовую долю ацетона (X) в процентах вычислять по формуле

$$X = 100 - (X_1 + X_4),$$

где X_1 — массовая доля спиртов, определяемая по п. 4.3, %;

X_4 — массовая доля воды, определяемая по п. 4.9, %.

При разногласиях в оценке массовой доли ацетона, расчет производят по формуле п. 4.2.2.2.

4.3. Определение массовой доли спиртов (CH_3OH)

4.3.1. *Реактивы, растворы, посуда и приборы*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор в соотношении 3:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, раствор в соотношении 1:9.

Натрия пиросульфит технический, раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный.

Хромотроповой кислоты динатриевая соль, раствор с массовой долей 1 %, свежеприготовленный и профильтрованный.

Раствор, содержащий CH_3OH; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением водой готовят раствор массовой концентрации 0,02 мг/см^3 (раствор готовят непосредственно перед применением).

Пробирки П-2—15—14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Колба 2—200—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3.

Фотоэлектроколориметр любого типа.

4.2.2.2—4.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4.3.2. *Подготовка к анализу*

4.3.2.1. *Построение градуировочного графика*

Готовят растворы сравнения. Для этого в пробирки помещают растворы, содержащие 0,005; 0,01; 0,02 и 0,03 мг CH_3O и доводят объемы растворов водой до 2 см^3.

Одновременно готовят в удвоенном количестве (для заполнения двух кювет) контрольный раствор, не содержащий CH_3OH.

В каждый раствор прибавляют 0,4 см^3 раствора ортофосфорной кислоты, 0,5 см^3 раствора марганцовокислого калия, перемешивают и оставляют при комнатной температуре на 10 мин. Затем прибавляют по каплям при встряхивании раствор пиросульфита натрия до обесцвечивания растворов. Затем прибавляют 10 см^3 раствора серной кислоты и, закрыв пробкой, осторожно перемешивают; после этого прибавляют 0,4 см^3 раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты и снова перемешивают.

Пробирки с растворами выдерживают в стакане с кипящей водой в течение 15 мин. После охлаждения объемы растворов доводят водой до 15 см^3, перемешивают и снова охлаждают. В контрольный раствор прибавляют в том же порядке все реактивы в удвоенном количестве (для заполнения двух кювет).

Оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к контрольному раствору в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм, пользуясь желтым светофильтром (длина волны 582 нм).

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенную в растворы сравнения массу CH_3OH в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующую ей оптическую плотность.

4.3.3. *Проведение анализа*

2,5 см^3 препарата помещают в мерную колбу, доводят объем водой до метки и перемешивают. 2 см^3 полученного раствора помещают в пробирку, прибавляют 0,4 см^3 раствора ортофосфорной кислоты, 0,5 см^3 раствора марганцовокислого калия, перемешивают и оставляют в покое. Через 10 мин прибавляют по каплям при встряхивании раствор пиросульфита натрия до обесцвечивания раствора. Затем прибавляют 10 см^3 раствора серной кислоты, закрыв пробкой, осторожно перемешивают, прибавляют 0,4 см^3 раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты и снова перемешивают.

Пробирку с раствором выдерживают в стакане с кипящей водой в течение 15 мин. После охлаждения объем раствора доводят водой до 15 см^3, перемешивают и снова охлаждают.

Одновременно готовят контрольный раствор так же, как при построении градуировочного графика.

Оптическую плотность анализируемого раствора измеряют по отношению к контрольному раствору так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу спиртов (CH_3OH) в анализируемом растворе в миллиграммах.

4.3.2.1, 4.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.3.4. *Обработка результатов*

Массовую долю спиртов (CH_3OH) (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot 200 \cdot 100}{2 \cdot V \cdot 0{,}79 \cdot 1000},$$

где m — масса спиртов (CH_3OH), найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем ацетона, взятый для анализа, см³;

0,79 — плотность ацетона, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±15 % при доверительной вероятности P=0,95.

Допускается заканчивать определение визуально, сравнивая на белом фоне окраску анализируемого раствора с окраской раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым, содержащего в таком же объеме:

для препарата чистый для анализа, чистый — 0,02 мг CH_3OH.

При разногласиях в оценке массовой доли спиртов анализ заканчивают фотометрически.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.4. Определение массовой доли нелетучего остатка

Определение проводят по ГОСТ 27026 из объема анализируемого препарата 250 см³ (200 г). Выпаривание проводят на водяной бане.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±30 % при доверительной вероятности P=0,95.

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

4.5. Определение массовой доли кислот (CH_3COOH)

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации c ($NaOH$)=0,01 моль/дм³ (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 1 см³.

Бюретка вместимостью 2 или 3 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.5.2. *Проведение анализа*

25 см³ воды помещают в коническую колбу с пришлифованной пробкой, прибавляют 0,1 см³ раствора фенолфталеина и затем осторожно по каплям из бюретки раствор гидроокиси натрия до тех пор, пока появившаяся розовая окраска будет сохраняться в течение 1 мин. Затем к раствору добавляют 25 см³ (20 г) препарата, перемешивают вращательным движением, не взбалтывая, и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, сохраняющейся в течение 30 с.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.5.3. *Обработка результатов*

Массовую долю кислот (CH_3COOH) (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0{,}0006 \cdot 100}{V \cdot 0{,}79},$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование анализируемого препарата, см³;

0,0006 — масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,01 моль/дм³, г;

V — объем ацетона, взятый для анализа, см³;

0,79 — плотность ацетона, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.6. Определение массовой доли щелочей (NH_3)

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6.1. *Реактивы, растворы и посуда*

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4)=0,01 моль/дм^3 (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1 или

кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c (HCl)=0,01 моль/дм^3 (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 1 см^3.

Бюретка вместимостью 10 см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.6.2. *Проведение анализа*

50 см^3 препарата помещают в коническую колбу (с пришлифованной пробкой), содержащую 25 см^3 воды, прибавляют 0,1 см^3 раствора метилового красного, закрывают колбу пробкой, перемешивают вращательным движением и титруют из бюретки раствором серной или соляной кислоты, приливая его по каплям и непрерывно перемешивая содержимое колбы (вращательным движением, не взбалтывая) до перехода желтой окраски раствора в розовую.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю щелочей (NH_3) (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V_1 \cdot 0{,}00017 \cdot 100}{V \cdot 0{,}79},$$

где V_1 — объем раствора серной или соляной кислоты концентрации точно 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

V — объем ацетона, взятый для анализа, см^3;

0,79 — плотность ацетона, г/см^3;

0,00017 — масса аммиака, соответствующая 1 см^3 раствора серной или соляной кислоты молярной концентрации точно 0,01 моль/дм^3, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±10 % при доверительной вероятности P=0,95.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.7. Определение массовой доли альдегидов проводят по ГОСТ 16457 визуально-колориметрическим методом. При этом фуксинсернистый реактив готовят со следующими изменениями: для обесцвечивания раствора фуксина прибавляют 40 см^3 (вместо 25 см^3) раствора метабисульфита натрия с массовой долей 20 %; на титрование 3 см^3 приготовленного фуксинсернистого реактива должно расходоваться от 4 до 6 см^3 (вместо 3—4 см^3) раствора йода молярной концентрации c ($^1/_2$ J_2)=0,1 моль/дм^3.

Для анализа берут пипеткой 2,5 см^3 (2 г) препарата. Растворы выдерживают перед прибавлением фуксинсернистого реактива 15 мин в водяной бане при 20 °С, а после прибавления — при той же температуре 30 мин.

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

для препарата чистый для анализа, чистый — 0,04 мг CH_2O и 2 см^3 фуксинсернистого реактива.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.8. Определение массовой доли веществ, восстанавливающих $KMnO_4$(O)

4.8.1. *Реактивы, растворы и посуда*

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации точно c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), свежеприготовленный; готовят по ГОСТ 25794.2 (1 см^3 этого раствора соответствует 0,00008 г кислорода).

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100—2 по ГОСТ 1770.

Бюретка вместимостью 1 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.8.2. *Проведение анализа*

70 см³ (56 г) препарата помещают в коническую колбу с пришлифованной пробкой и охлаждают в водяной бане с температурой 15 °С. Затем прибавляют из бюретки для препарата чистый для анализа — 0,4 см³, для препарата чистый — 0,7 см³ раствора марганцовокислого калия. Содержимое колбы осторожно перемешивают и колбу помещают в темное место в водяную баню с температурой 15 °С.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если по истечении 2 ч сохранится розовая окраска раствора.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

4.9. Определение массовой доли воды

4.9.1. *Приборы и реактивы*

Хроматограф газовый аналитический с детектором по теплопроводности.

Колонка газохроматографическая длиной 1,0—1,5 м и внутренним диаметром 3—4 мм.

Линейка металлическая по ГОСТ 427.

Микрошприц вместимостью 10 мм³.

Водород технический по ГОСТ 3022 или гелий газообразный технический (газ-носитель).

Полисорб-1 (твердый носитель).

4.9.2. *Подготовка к анализу*

Полисорб-1 засыпают в колонку, как указано в ГОСТ 21533. Не подсоединяя колонку к детектору, наполнитель продувают в токе азота при 190 °С до исчезновения неприятного запаха.

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

Условия работы хроматографа

Температура колонки, °С	130±2
Температура испарителя, °С	150±2
Расход газа-носителя, дм³/ч	3
Ток моста детектора, мА	150
Объем анализируемой пробы, мм³	2
Продолжительность анализа, мин	5

4.9.3. *Проведение анализа*

Массовую долю воды определяют методом «внутреннего эталона». За «внутренний эталон» принимают ацетон, массовую долю которого в анализируемом продукте считают равной 100 %.

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

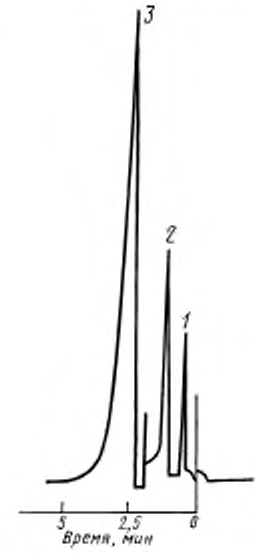
Запись пика ацетона проводят при переключении шкалы регистратора с 1 на 30.

Последовательность выхода компонентов из колонки и относительный объем удерживания приведены в табл. 3 и на черт. 2.

Таблица 3

Наименование компонента	Относительный объем удерживания
Воздух	0,32
Вода	0,74
Ацетон	1,00

Типовая хроматограмма ацетона при определении массовой доли воды



1 — воздух; *2* — вода; *3* — ацетон

Черт.2

4.9.1—4.9.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.9.4. *Обработка результатов*

Массовую долю воды (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{100 \cdot h_1 \cdot \tau_1 \cdot K}{h_2 \cdot \tau_2},$$

где h_1 — высота пика воды, мм;

τ_1 — время удерживания воды, мин;

h_2 — высота пика ацетона, мм;

τ_2 — время удерживания ацетона, мин;

100 — массовая доля «внутреннего эталона» (ацетона), %;

K — градуировочный коэффициент для воды.

Все измерения производят с помощью металлической линейки.

Градуировочный коэффициент определяют по искусственным смесям воды и ацетона по ГОСТ 21533.

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

Допускается проводить определение по ГОСТ 14870 с применением реактива Фишера электрометрическим или визуальным титрованием или с применением йодацетатного раствора из навески анализируемого препарата 2—5 г (2,5—6,5 см³). В качестве растворителя при применении реактива Фишера используют пиридин или смесь метанола с пиридином (1:3), при применении йодацетатного раствора — метанол.

При разногласиях в оценке массовой доли воды анализ проводят хроматографическим методом. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

4.10. Определение содержания нерастворимых в воде органических примесей

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.10.1. *Реактивы и посуда*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Колба Кн-1—100—14/23 по ГОСТ 25336 или цилиндр 2(4)—100—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр 1(3)—25—2 по ГОСТ 1770.

4.10.2. *Проведение анализа*

25 см³ препарата помещают в колбу (или цилиндр) с пришлифованной пробкой и смешивают с 25 см³ дистиллированной воды.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если в течение 30 мин при наблюдении в проходящем свете на темном фоне раствор не будет отличаться от 50 см³ воды, помещенных в такую же колбу (или цилиндр).

4.10.1, 4.10.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

4.11—4.12. **(Исключены, Изм. № 1).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Препарат упаковывают и маркируют в соответствии с ГОСТ 3885 с нанесением манипуляционных знаков: «Хрупкое. Осторожно», «Беречь от нагрева» и «Верх», знака опасности по ГОСТ 19433 (класс 3, подкласс 3.2, классификационный шифр 3212) и серийного номера ООН 1090.

Вид и тип тары: 3—1, 3—4, 3—5, 3—6, 8—1, 8—2, 8—3, 10—1.

Группа фасовки: III, IV, V, VI, VII, не более 25 дм³.

Склянки должны быть наполнены не более чем на 90 % объема.

В качестве индифферентного материала применяют древесную стружку, пропитанную раствором хлористого кальция, хлористого магния или сернокислого аммония или шлаковату, или другой негорючий уплотняющий материал. При упаковке тары в полиэтиленовые барабаны, имеющие устройства для крепления бутылей, уплотняющий материал не используют.

При применении в качестве уплотнительного материала древесной стружки, пропитанной раствором неорганических солей, а также при упаковывании стеклянной тары в картонные ящики и коробки на транспортную тару дополнительно наносится манипуляционный знак «Беречь от влаги».

Допускается нанесение манипуляционных знаков только на потребительскую тару при упаковывании стеклянной тары в обрешетки.

При использовании в качестве транспортной тары ящиков и обрешеток стенки ящиков и обрешеток должны быть выше закупоренных бутылей на 5 см. При транспортировании мелкими партиями ацетон в стеклянной таре должен быть упакован в плотные деревянные ящики с крышками.

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

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.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ИСО 6353-2—83 «Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия»

Р.2. АЦЕТОН CH_3COCH_3

Относительная молекулярная масса: 58,08

Р.2.1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Массовая доля ацетона (CH_3COCH_3), %, не менее	99,5
Массовая доля метанола (CH_3OH), %, не более	0,05
Плотность, г/см^3	0,787—0,793
Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,001
Кислотность (в миллимолях H^+), не более	0,05/100 г
Щелочность (в миллимолях OH^-), не более	0,05/100 г
Массовая доля веществ, восстанавливающих перманганат (O), %, не более	0,0003
Массовая доля альдегидов (HCHO), %, не более	0,002
Массовая доля воды, %, не более	0,3

Р.2.2. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Р.2.2.1. *Определение массовой доли ацетона и метанола*

Определение проводят в соответствии с ОМ 34* при следующих условиях:

Неподвижная фаза	10 % карбовакса 400
Носитель	Хромосорб G-AW-DMCS 0,125—0,150 мм (100—120 меш ASTM**)
Длина колонки, м	3
Внутренний диаметр колонки, мм	2,5
Материал, из которого изготовлена колонка	Нержавеющая сталь или предпочтительно стекло
Температура колонки, °С	60
Температура испарителя, °С	150
Температура детектора, °С	150
Тип детектора	Пламенно-ионизационный
Газ-носитель	Азот
Скорость потока, см^3/мин	25
Объем анализируемой пробы, мм^3	0,5

Р.2.2.2. *Определение плотности*

Определение проводят в соответствии с ОМ 24.1*.

Р.2.2.3. *Определение массовой доли нелетучего остатка*

100 г (127 см^3) препарата анализируют в соответствии с ОМ 14*.

Масса остатка не должна превышать 1 мг.

Р.2.2.4. *Определение кислотности*

79 г (100 см^3) препарата анализируют в соответствии с ОМ 13.1*, титруя его раствором гидроксида натрия молярной концентрации точно c (NaOH) = 0,01 моль/дм^3 по фенолфталеину (ИР 4.3.9***).

Объем титранта не должен превышать 4 см^3.

Р.2.2.5. *Определение щелочности*

79 г (100 см^3) препарата анализируют в соответствии с ОМ 13.1*, титруя его раствором серной кислоты молярной концентрации точно c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3 по метиловому красному (ИР 4.3.6***).

Объем титранта не должен превышать 4 см^3.

---

* Общие методы испытаний (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

** Американское общество по испытанию материалов.

*** Растворы индикаторов (ИР) — по ИСО 6353-1—82.

Р.2.2.6. *Определение массовой доли веществ, восстанавливающих перманганат*

40 г (50 см³) препарата анализируют в соответствии с ОМ 19.1*, прибавляя 0,15 см³ раствора перманганата калия массовой концентрации 3,16 г/дм³. Анализируемый раствор выдерживают в течение 15 мин при температуре (20,0±0,5) °С.

Розовая окраска раствора не должна полностью исчезнуть.

Р.2.2.7. *Определение массовой доли альдегидов*

2 г (2,5 см³) препарата анализируют в соответствии с ОМ 20*.

Для приготовления раствора сравнения берут 4 см³ разбавленного раствора II, содержащего формальдегид (4 см³=0,002 % HCHO).

Р.2.2.8. *Определение массовой доли воды*

7,9 г (10 см³) препарата разбавляют пиридином до 30 см³ и анализируют в соответствии с ОМ 12*.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ИСО 6353-1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

4.3. Растворы индикаторов

4.3.6. *Метиловый красный (ИР)*

25 мг тонкоизмельченного метилового красного нагревают с 0,95 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 0,2 % и 5 см³ этанола с объемной долей 95 %. После полного растворения добавляют 125 см³ этанола с объемной долей 95 % и разбавляют водой до объема 250 см³.

4.3.9. *Фенолфталеин (ИР)*

2,5 г фенолфталеина растворяют в 250 см³ этанола с объемной долей 95 %.

5. **Общие методы испытаний (ОМ)**

5.12. Вода — метод Карла Фишера

См. ГОСТ 14870—77**.

5.13. Кислотность и щелочность (ОМ 13)

5.13.1. *Кислотность или щелочность жидкостей, смешивающихся с водой (ОМ 13.1)*

5.13.1.1. *Методика*

100 см³ воды помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и кипятят в течение 5 мин для удаления диоксида углерода. Дав раствору слегка охладиться, добавляют к нему указанный объем испытуемого раствора и осторожно кипятят еще 5 мин. Затем колбу закрывают пришлифованной пробкой, снабженной хлоркальциевой трубкой с натронной известью, и дают раствору принять комнатную температуру. Затем добавляют указанный индикатор и титруют указанным титрованным раствором до достижения соответствующей конечной точки титрования, устойчивой в течение, по крайней мере, 15 с.

5.13.1.2. *Обработка результатов*

Кислотность и щелочность в миллимолях H^+ или OH^- на 100 г продукта определяют по формуле

$$\frac{V \cdot c}{m} \cdot 100,$$

где V — объем титрованного раствора, израсходованный на титрование, см³;

c — концентрация титрованного раствора, моль H^+ или OH^-/дм³;

m — масса пробы, находящаяся в указанном объеме испытуемого раствора, г.

5.14. Нелетучий остаток (ОМ 14) (см. также ГОСТ 27026—86***)

Упаривают указанную навеску досуха на кипящей водяной бане в подходящей взвешенной выпарительной чашке вместимостью приблизительно 150 см³ (платиновой, стеклянной, кварцевой). Сушат до постоянной массы при температуре (105±2) °С, как указано в нормативной документации на конкретный реактив.

---

* Общие методы испытаний (ОМ) — по ИСО 6353-1—82.

** Применяют до введения международного стандарта ИСО 760—77 в качестве государственного стандарта.

*** Применяют до введения международного стандарта ИСО 759—81 в качестве государственного стандарта.

5.19. Вещества, восстанавливающие перманганат (ОМ 19)

5.19.1. *Прямой метод (ОМ 19.1)*

Указанную навеску или ее раствор помещают в подходящую колбу из бесцветного стекла, снабженную пришлифованной стеклянной пробкой, и добавляют указанный объем раствора перманганата калия молярной концентрации c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = 0,1 моль/дм^3. Колбу закрывают пробкой и оставляют в защищенном от света месте при заданной температуре заданное время. Проверяют, имеет ли место остаточное окрашивание раствора.

5.20. Альдегиды (ОМ 20)

См. ГОСТ 16457—76 (визуально-нефелометрический метод с димедоном).

5.24. Денситометрия (ОМ 24)

5.24.1. *Пикнометрический метод (ОМ 24.1) (см. также ГОСТ 18995.1—73*)*

5.24.1.1. *Методика*

Высушенный пикнометр (вместимостью 25—50 см^3) взвешивают с точностью до 0,2 мг. Пикнометр заполняют свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой и определяют взвешиванием кажущуюся массу воды при температуре (20±0,1) °С (m_2). Пикнометр освобождают от воды, промывают, высушивают, заполняют испытуемой пробой и определяют аналогичным способом кажущуюся массу пробы при температуре (20±0,1) °С (m_1).

5.24.1.2. *Обработка результатов*

Плотность в граммах на кубический сантиметр, вычисляемую с точностью до третьего десятичного знака после запятой, определяют по формуле

$$\frac{m_1 + A}{m_2 + A} \cdot \rho_w ,$$

где m_1 — кажущаяся масса навески испытуемой пробы,г;

m_2 — кажущаяся масса навески воды,г;

ρ_w — плотность воды при 20 °С (= 0,9982 г/см^3);

A — поправка к массе при взвешивании на воздухе.

$$\rho_a \cdot V ,$$

где ρ_a — плотность воздуха (приблизительно 0,0012 г/см^3);

V — объем взятой пробы,см^3.

5.34. Газовая хроматография (ОМ 34)

Определение проводят, используя подходящий газовый хроматограф и условия, приведенные в нормативной документации на соответствующий реактив.

ПРИЛОЖЕНИЯ 1,2. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

---

* Применяют до введения международного стандарта ИСО 758—76 в качестве государственного стандарта.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Г.В. Грязнов, Т.Г. Манова, И.Л. Ротенберг, З.М. Ривина, Н.П. Никонова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.04.79 № 1404

3. ВЗАМЕН ГОСТ 2603—71

4. В стандарт введены международные стандарты ИСО 6353-2—83 (Р.2) «Реактивы для химического анализа. Часть 2. Технические условия. Первая серия» и ИСО 6353-1—82 «Реактивы для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний»

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 12.1.005—88	2.1
ГОСТ 427—75	4.2.1.1; 4.9.1
ГОСТ 1770—74	4.3.1; 4.5.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.10.1
ГОСТ 3022—80	4.2.1.1; 4.9.1
ГОСТ 3118—77	4.6.1
ГОСТ 3885—73	3.1; 4.1; 5.1
ГОСТ 4204—77	4.3.1; 4.6.1
ГОСТ 4212—76	4.3.1
ГОСТ 4328—77	4.5.1
ГОСТ 4517—87	4.5.1;4.6.1
ГОСТ 4919.1—77	4.5.1; 4.6.1
ГОСТ 6552—80	4.3.1
ГОСТ 6709—72	4.3.1; 4.10.1
ГОСТ 6995—77	4.2.1.1
ГОСТ 9293—74	4.2.1.1
ГОСТ 14870—77	4.9.4; приложение 2
ГОСТ 16457—76	4.7; приложение 2
ГОСТ 18300—87	4.2.1.1; 4.5.1; 4.6.1
ГОСТ 18995.1—73	Приложение 2
ГОСТ 19433—88	5.1
ГОСТ 20015—88	4.2.1.1
ГОСТ 20490—75	4.3.1; 4.8.1
ГОСТ 21533—76	4.2.1.2; 4.2.2.1; 4.9.1; 4.9.4
ГОСТ 25336—82	4.5.1; 4.6.1; 4.8.1; 4.10.1
ГОСТ 25706—83	4.2.1.1
ГОСТ 25794.1—83	4.5.1; 4.6.1
ГОСТ 25794.2—83	4.8.1
ГОСТ 27025—86	4.1а
ГОСТ 27026—86	4.4; приложение 2

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 16.09.92 № 1191

7. ИЗДАНИЕ (октябрь 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1984 г., августе 1990 г., сентябре 1992 г. (ИУС 3—85, 11—90, 12—92)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 29.09.2006. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,53. Тираж 73 экз. Зак. 724. С 3341.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru