

ГОСТ 14870—77

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

ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2005

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Вареникова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревая*

Подписано в печать 30.06. Формат 60×84¹/₄. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 1,86.
Уч.-изд.л. 1,65. Тираж 90 экз. Зак. 418. С 1472.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

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

Продукты химические

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

ГОСТ

14870—77

Reagents. Methods for determination of water

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на химические продукты и реактивы и устанавливает следующие методы определения воды:

- а) с реагентом Фишера для массы воды в навеске анализируемого препарата 0,0005—0,05 г;
- б) высушивание для массы воды в навеске анализируемого препарата не менее 0,001 г;
- в) отгонка с органическим растворителем (метод Дина и Старка) для массы воды в навеске анализируемого препарата 0,3—8,0 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Для приготовления необходимых растворов навеску анализируемого препарата, а также навески реактивов, применяемых при определении воды, взвешивают или отбирают с погрешностью не более 1 %.

При необходимости пробу анализируемого реагента перед взвешиванием измельчают, избегая длительного растирания.

При взвешивании применяют лабораторные весы 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг (или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1 мг).

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

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.2. Выбор метода и дополнительные условия определения предусматриваются в нормативно-технической документации (НТД) на анализируемые реагенты.

1.3. Вся применяемая посуда должна быть максимально обезвожена: колбы с пришлифованными пробками и стаканчиками для взвешивания ополаскивают этиловым спиртом и ацетоном, высушивают в термостате при 110 °С и сохраняют в эксикаторе над ангидроном или другим осушителем; бюретки и пипетки перед применением ополаскивают этиловым спиртом и ацетоном и высушивают в потоке сухого воздуха.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.4. После окончания работы с реагентом Фишера для уничтожения запаха пиридина посуду ополаскивают раствором уксусной кислоты.

1.5. При работе с органическими растворителями необходимо соблюдать меры предосторожности: все работы проводят вдали от огня в вытяжном шкафу с сильной тягой.

1.6. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ РЕАКТИВОМ ФИШЕРА

2.1. Сущность метода

Сущность метода заключается во взаимодействии йода с сернистым ангидридом в присутствии воды с образованием йодистоводородной кислоты и серного ангидрида в среде метанола и пиридина.

Этим методом определяется гигроскопическая, кристаллизационная, сорбированная и окклюдированная вода.

2.2. Реактивы, растворы, аппаратура и материалы

Азот газообразный технический по ГОСТ 9293, предварительно осушенный пропусканием через колонки, наполненные силикагелем и ангидроном.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Йод-ацетатный раствор; готовят по п.1.5 приложения I.

Кальция хлорид обезвоженный, предварительно прокаленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., ледяная по ГОСТ 61 или по ГОСТ 19814, раствор с массовой долей 5 %.

Магний хлорникислый (магния перхлорат) безводный (ангидрон).

Метанол-яд по ГОСТ 6995 с массовой долей воды не более 0,05 %; готовят по п. 1.2.1 приложения I или по ГОСТ 2222, высшего сорта.

Натрий тартрат 2-водный или натрий углекислый (натрия карбонат) 3-водный по ГОСТ 199 (массовую долю кристаллизационной воды проверяют высушиванием в термостате до постоянной массы при 120—125 °C).

Реактив Фишера (раствор I — смесь пиридина с диоксидом серы, раствор II — раствор йода в метаноле) по НТД или реактив Фишера, приготовленный по п. 1.3 приложения I.

Реактив Фишера видоизмененного состава; готовят по п. 1.4 приложения I.

Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984.

Смазка ЦИАТИМ-205 по ГОСТ 8551 или смазка вакуумная.

Раствор воды в метаноле; готовят следующим образом: 0,3 см³ воды взвешивают в сухой мерной колбе вместимостью 100 см³ (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), доводят объем раствора до метки метанолом, выдержанном в течение 20 мин в термостате при 20 °C, и перемешивают. Приготовленный раствор выдерживают в термостате при 20 °C в течение 20 мин перед каждым определением титра реактива Фишера. Раствор хранят в герметично закрытой посуде; он годен в течение одной недели.

Диметилформамид по ГОСТ 20289, обезвоженный по п. 1.2.5 приложения I.

1,4-Диоксан по ГОСТ 10455, ч. д. а.

2-метоксистанол (монометиловый эфир этиленгликоля, метилцеллозоль) с массовой долей воды не более 0,05 % или обезвоженный перегонкой (при этом первую порцию дистиллята отбрасывают).

Пиридин по ГОСТ 13647 с массовой долей воды не более 0,1 %; готовят по п. 1.2.2 приложения I.

Трихлорметан (хлороформ) по ГОСТ 20015.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164, ч. д. а.

Секундомер по НТД.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Шприцы медицинские инъекционные многократного применения по ГОСТ 22967.

Шприцы медицинские инъекционные однократного применения по ГОСТ 24861.

Капельница 2—10 по ГОСТ 25336 или другой конструкции.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 25 и 50 см³.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Эксикатор 1 (2)—100 (140, 190, 250) по ГОСТ 25336.

Склейка для промывания газов СПЖ-50 (250) по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—25 (50)—14/23 или Кн-2—25 (50)—18 (22) по ГОСТ 25336.

Стакан В (Н)-1—250 (400, 600) по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1—13 (17, 25, 30) по ГОСТ 25336; ТХ < 45° — 14/23 по ГОСТ 25336.

Бюretка вместимостью 10, 25 или 50 см³ с ценой деления 0,05 или 0,1 см³.

Бюretка с автоматическим нулем и склянкой, покрытой темным лаком или обернутой темной бумагой, вместимостью 3 или 10 см³ с ценой деления 0,01 или 0,02 см³, снабженная поглотительной трубкой; между резиновой грушей и склянкой помещена склянка с твердым поглотителем (например силикагелем или ингидроном).

Колба Гр-10 (25, 50, 100)—14/23 по ГОСТ 25336.

Изгиб И < 75° 2К—14/23—14/23 по ГОСТ 25336.

Мешалка магнитная типа ЭМА или другого типа; размешиватель мешалки должен быть запаян в стеклянную или полиэтиленовую трубку.

Пипетка со шлифом и краном для внесения жидкых веществ в колбу для титрования (черт. 1, а).

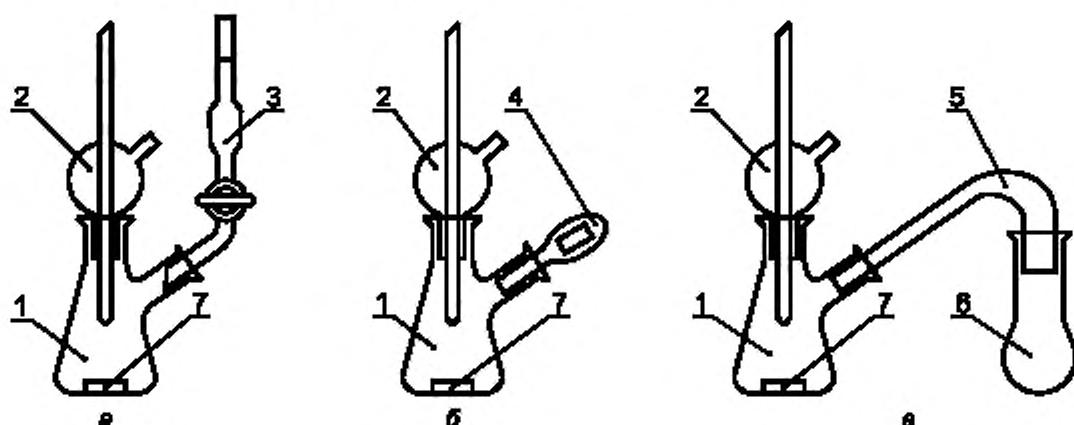
Пробка полая для внесения твердых веществ в колбу для титрования (черт. 1, б).

Приставка, состоящая из перегонной колбы и соединительной трубки, для азеотропной отгонки воды с растворителем (черт. 1, в).

Установка для визуального титрования воды (черт. 2).

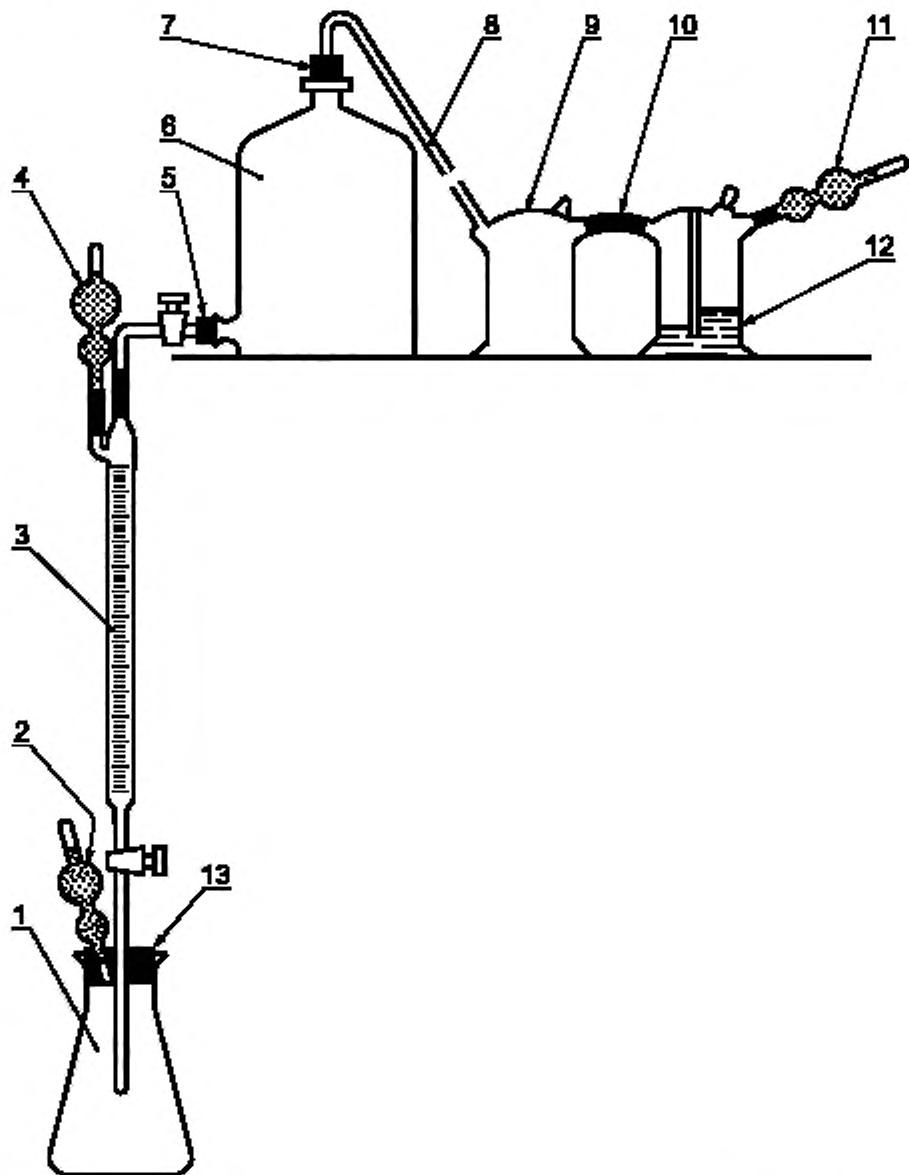
Установка для электрометрического титрования воды (черт. 3).

Схема установки для электрометрического титрования (черт. 4).



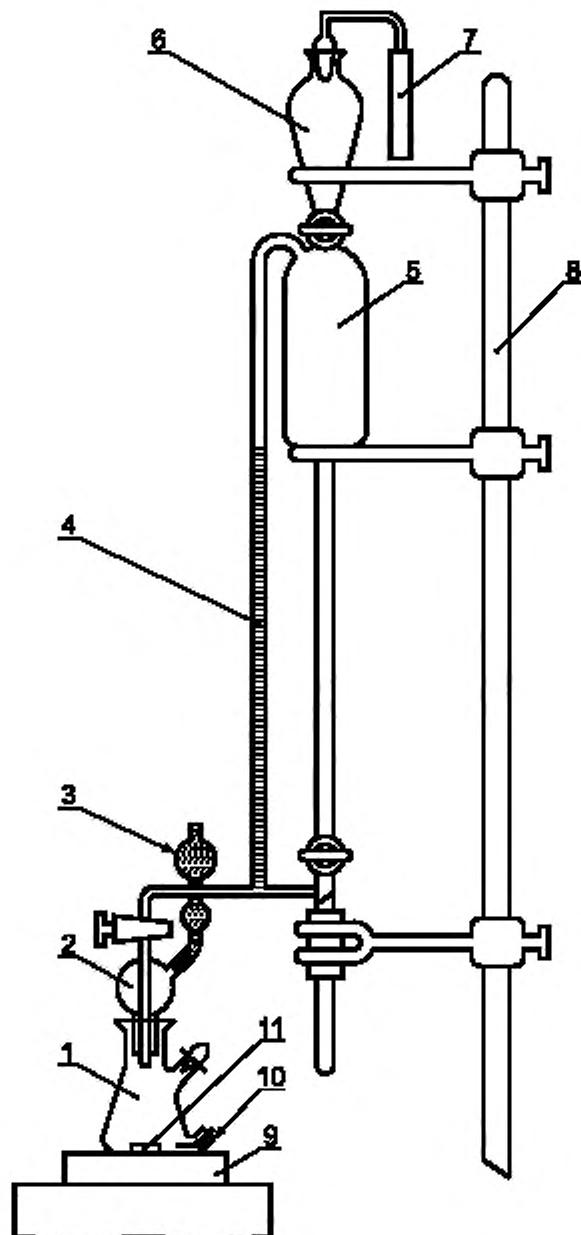
1 — колба для титрования вместимостью 25—50 см³; 2 — насадка бюretки с конусом КШ 19/9 по ГОСТ 8682; 3 — пипетка с конусом КШ 14/5/8 по ГОСТ 8682 и краном для внесения жидких реактивов в колбу для титрования (жидкость попадает в колбу при открывании крана); 4 — полая пробка с конусом КШ 14/5/8 по ГОСТ 8682 для внесения твердых веществ из микробюксов с навесками твердых веществ в колбу для титрования (навеска вещества попадает в колбу при вращении пробки); 5 — соединительная трубка с двумя конусами КШ 19/9 и КШ 14,5/8 по ГОСТ 8682; 6 — перегонная колба вместимостью 5—10 см³ с конусом КШ 19/9 по ГОСТ 8682 для испытуемого препарата и растворителя; 7 — размешиватель магнитной мешалки

Черт. 1



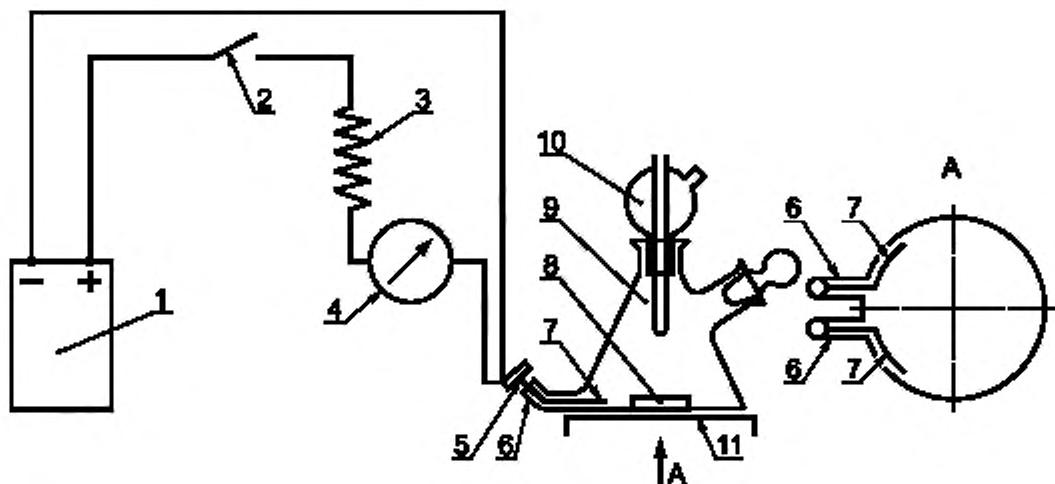
1 — колба для титрования; 2, 4, 11 — поглотительные трубки, наполненные ангидридом и силикагелем-индикатором или другими осушителями; 3 — бюретка (допускается использование бюретки с автоматическим нулем и склянкой, в этом случае из схемы исключаются склянки 6, 9, 12); 5, 7, 13 — резиновые пробки; 6 — склянка с тубусом (должна быть защищена от света); 8, 10 — соединительные шланги из полизтилена или каучука; 9 — склянка для промывания газов с реагентом Фишера для поглощения влаги из воздуха; 12 — склянка для промывания газов с серной кислотой

Черт. 2



1 — колба для титрования; 2 — насадка бюретки со шлифом; 3, 7 — поглотительные трубы; 4 — бюретка с ценой деления 0,01 или 0,02 см³; 5 — резервуар на 500 см³ для хранения реактива; 6 — воронка; 8 — лабораторный штатив; 9 — магнитная мешалка; 10 — электроды (расстояние между электродами на выводе 10 мм); 11 — размешиватель магнитной мешалки

Черт. 3



1 — сухой телефонный элемент типа 165-У или 145-У по НТД; 2 — переключатель; 3 — сопротивление 30 кОм; 4 — микроамперметр типа М-24 на 50—140 мА; 5 — металлические пружинные зажимы; 6 — медные проволочки с клеммами, припаянными к платиновому электродам; 7 — электроды платиновые диаметром 0,6—1,5 мм, длина каждого электрода внутри колбы 20 мм; 8 — размешиватель магнитной мешалки; 9 — колба для электрометрического титрования; 10 — насадка бюретки с конусом КШ 19/9 по ГОСТ 8682; 11 — магнитная мешалка типа МЭА

Черт. 4

Допускается применение любого другого прибора для электрометрического определения воды в реактивом Фишера, обладающего той же чувствительностью.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Условия проведения анализа

Масса навески анализируемого препарата должна быть указана в НТД на анализируемый препарат.

Если в НТД на анализируемый продукт не указана масса навески, она должна соответствовать значениям, указанным в приложении 2, в зависимости от предполагаемой массовой доли воды.

Реактивом Фишера титруют в условиях, исключающих попадание из воздуха влаги.

При анализе реагентов с массовой долей воды менее 0,005 %, а также при определении воды в гигроскопических и высущенных веществах пробы и растворители отбирают в боксе с контролируемой влагой или передавливанием жидких реагентов сухим азотом в колбу для титрования.

Для массовой доли воды более 0,01 % конец титрования может быть установлен визуально и электрометрически. Массовую долю воды менее 0,01 % определяют электрометрически с применением разбавленного реагента Фишера.

При визуальном титровании максимальная чувствительность определения достигается при прозрачных и бесцветных анализируемых растворах. В окрашенных растворах или в присутствии нерастворимых веществ точку эквивалентности устанавливают электрометрически.

В качестве растворителя применяют метанол. Допускается использовать 1,4-диоксан, диметилформамид (при использовании реагента Фишера видоизмененного состава по п. 1.4 приложения 1), 1,2-метоксистанол, пиридин, тетрахлорметан (хлороформ), этиленгликоль, ледяную уксусную кислоту и другие инертные растворители, а также смеси растворителей [например смесь метанола с пиридином в объемном соотношении 4:1, смесь метанола с тетрахлорметаном (хлороформом) в объемном соотношении 1:3, смесь 1,2-метоксистанола с пиридином в объемном соотношении 4:1]. Все применяемые растворители должны быть максимально обезвожены.

В реагенте Фишера метанол может быть заменен на 2-метоксистанол. Этот растворитель может быть использован для определения воды в альдегидах и кетонах без применения специальных приемов для устранения мешающего влияния анализируемого вещества.

Вещества, труднорастворимые в метаноле, но хорошо смачиваемые им, предварительно тонко измельчают, а затем встряхивают с метанолом в течение 5—10 мин и суспензию титруют.

В веществах, вступающих в реакцию с реагентом Фишера, воду определяют после их химической пассивации либо после отгонки воды в виде азеотропной смеси с растворителем, указанным в НТД на анализируемый продукт (черт. 1).

Для определения воды в карбонильных соединениях и сильных кислотах применяют реагент Фишера видоизмененного состава (рекомендуется для электрометрического титрования).

Допускается определять массовую долю воды в некоторых органических и неорганических реактивах с йод-акетатным раствором, приготовленным по п. 1.5 приложения 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.2. Установка титра реагента Фишера

В зависимости от метода, принятого для анализа препарата, титр (водный эквивалент) реагента Фишера устанавливают визуальным или электрометрическим методом через 24 ч после приготовления реактива.

Титр реагента проверяют через каждые 2—3 сут, а для особо точных анализов и при значительном колебании температуры воздуха и влажности ежедневно.

При хранении титр реагента Фишера уменьшается. Если титр реагента Фишера стал меньше чем 2 мг/см³, следует заменить реагент свежеприготовленным.

Титр реагента Фишера устанавливают одним из следующих способов.

A. Установка титра реагента Фишера по навеске воды

В сухую колбу для титрования вместимостью 50—100 см³ помещают 2—5 см³ метанола, отмеренных пипеткой, и добавляют реагент Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Взвешивают капельницу с водой (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Помещают в колбу для титрования одну каплю воды, стараясь не потерять воду при переносе.

Капельницу с оставшейся водой снова взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). По разности масс устанавливают массу капли.

Раствор в колбе перемешивают и титруют реагентом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Титр реагента Фишера (T) — масса воды в миллиграммах, соответствующая 1 см³ реагента Фишера, в мг H₂O/см³ вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 1000}{V},$$

где m — масса капли воды, г;

V — объем реагента Фишера, израсходованный на титрование, см³.

B. Установка титра реагента Фишера по раствору воды в метаноле

В сухую колбу для титрования вместимостью 50—100 см³ помещают 10 см³ раствора воды в метаноле, отмеренных пипеткой или бюреткой, и титруют реагентом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Одновременно титруют 10 см³ метанола, применяемого для приготовления раствора воды, также выдержанного в термостате при 20 °C.

Титр реагента Фишера (T_1) в мг H₂O/см³ вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m \cdot 1000}{(V - V_1) \cdot 10},$$

где m — масса навески воды, взятая для приготовления раствора воды в метаноле, г;

V — объем реагента Фишера, израсходованный на титрование 10 см³ раствора воды, см³;

V_1 — объем реагента Фишера, израсходованный на титрование 10 см³ метанола, см³.

B. Установка титра реагента Фишера по кристаллогидратам

7—10 см³ метанола, отмеренных пипеткой, помещают в сухую колбу для титрования вместимостью 50—100 см³ и добавляют реагент Фишера до появления красновато-коричневой окраски. Затем в колбу для титрования вносят около 0,0500—0,1000 г 3-водного уксуснокислого натрия (или тщательно растертого 2-водного тартрата натрия), перемешивают и титруют реагентом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Титр реагента Фишера (T_2) в мг H₂O/см³ вычисляют по формуле

С. 8 ГОСТ 14870—77

$$T_2 = \frac{m \cdot 1000}{m_k V} ,$$

где m — масса кристаллогидрата, г;

m_k — масса кристаллогидрата, соответствующая 1 г воды, г (2,52 — для 3-водного уксуснокислого натрия; 6,39 — для 2-водного тартрата натрия);

V — объем реактива Фишера, израсходованный на титрование навески кристаллогидрата, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.3. Подготовка приборов

2.3.3.1. Визуальное титрование

Установка для визуального титрования указана на черт. 2.

Бюrette заполняют реагентом Фишера через кран из сосуда 6. При этом воздух, попадающий в установку, обезвоживается осушителем в поглотительной трубке, а также в склянках для промывания газов с концентрированной серной кислотой и реагентом Фишера. После заполнения бюrette следует убедиться в полноте стекания реагента.

В случае применения бюrette с автоматическим нулем и склянкой заполнение бюrette реагентом Фишера проводят передавливанием реагента Фишера из склянки при помощи резиновой груши. При этом воздух, попадающий в установку, обезвоживается твердым поглотителем (например силикагелем и ангидроном).

Резервуар бюrette с реагентом Фишера изолируют от влаги воздуха при помощи поглотительной трубки, заполненной ангидроном и силикагелем-индикатором. Уровень жидкости в бюrette отмечают по верхнему краю мениска.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3.3.2. Электрометрическое титрование

Титр реагента Фишера определяют по п. 2.3.2.

Установка для электрометрического титрования показана на черт. 3.

Резервуар для хранения реагента 5 заполняют реагентом Фишера. Из резервуара через нижний боковой кран реагент Фишера поступает в бюrette.

Установка защищена от попадания влаги воздуха поглотительными трубками, наполненными ангидроном и силикагелем-индикатором.

Электрическую схему для определения точки эквивалентности собирают, как указано на черт. 4. Для проверки электрической схемы замыкают электроды, поднося к их выводам металлический предмет. При замкнутых электродах отклонений стрелки микроамперметра должно быть на всю шкалу.

2.4. Проведение анализа

А. Визуальное титрование

Способ 1

2—10 см³ метанола помещают в сухую колбу для титрования, закрывают колбу пробкой со вставленным в нее концом бюrette и добавляют по каплям реагент Фишера при перемешивании вращательным движением или с помощью магнитной мешалки до появления красновато-коричневой окраски. Затем в колбу для титрования вносят навеску анализируемого препарата и титруют реагентом Фишера до той же окраски. Для расчета учитывают объем реагента Фишера, пошедший только на титрование анализируемого препарата.

Способ 2

2—10 см³ метанола помещают в сухую колбу, вносят навеску анализируемого препарата, закрывают колбу пробкой со вставленным в нее концом бюrette и титруют реагентом Фишера при перемешивании до появления красновато-коричневой окраски.

Одновременно титруют объем метанола, использованный для растворения навески препарата, и в результат определения вносят поправку.

Способ 3

Для веществ, не требующих предварительного смешивания с растворителем, навеску анализируемого препарата помещают в сухую колбу для титрования, закрывают колбу пробкой со вставленным в нее концом бюrette и титруют реагентом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Б. Электрометрическое титрование

В сухую колбу для титрования помещают метанол и размешиватель магнитной мешалки. Электроды должны быть полностью погружены в метанол, а размешиватель не должен касаться двух

электродов. Включают мешалку, замыкают электрическую цепь и титруют метанол реагентом Фишера. В начале титрования реагент Фишера прибавляют со скоростью 1 капля в секунду, при этом стрелка микроамперметра отклоняется от нулевого положения. При дальнейшем прибавлении реагента стрелка микроамперметра начинает сильно колебаться. В этом случае реагент Фишера добавляют со скоростью 1 капля в 5 с, а при приближении к точке эквивалентности — со скоростью 1 капля в 10 с. Титрование продолжают до тех пор, пока стрелка микроамперметра не установится и не продержится в течение 1 мин (по секундомеру) на определенном делении шкалы.

После окончания прилиивания реагента проводят проверку правильности титрования. Для этого останавливают магнитную мешалку и наблюдают по секундомеру время, в течение которого стрелка микроамперметра не начнет двигаться к исходному положению. Стрелка должна удерживаться в этом положении не более 15 с.

Затем в колбу для титрования (черт. 1) через боковой штуцер вводят анализируемый препарат. Включают магнитную мешалку, перемешивают смесь в течение 1—2 мин и титруют реагентом Фишера, как описано выше.

Проверив правильность титрования, отмечают объем реагента Фишера, израсходованный на титрование препарата.

Допускается проводить титрование на лабораторном титраторе ЛТВ-375, лабораторном титрометре ТПЛ-75—7Г или на титраторе другого типа, обеспечивающем требуемую точность измерения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4а. Допускается объем реагента Фишера, израсходованный на титрование, определять кинетическим способом.

Растворитель, указанный в НТД на препарат, титруют реагентом Фишера визуально (способ 1) или электрометрически.

Затем в колбу для титрования (черт. 1) вводят анализируемый препарат, отмечая время ввода пробы в ячейку. Включают магнитную мешалку, перемешивают смесь в течение 1—2 мин и титруют реагентом Фишера до первоначального установления стрелки микроамперметра на определенном делении шкалы. Таким образом титруют в течение 10—15 мин с интервалом 1—2 мин. При этом каждый раз необходимо отмечать время титрования и объем израсходованного реагента.

По полученным результатам строят график в координатах: объем раствора Фишера, см³ — время титрования, мин.

Излом на кривой соответствует моменту полного окончания реакции реагента Фишера с водой, присутствующей в пробе. Дальнейший расход реагента объясняется выделением воды в побочном процессе или титрованием мешающих определению примесей, что соответствует пологой части графика: объем реагента Фишера — время титрования.

Отрезок, полученный при пересечении этой части графика с осью ординат, соответствует объему реагента Фишера, израсходованному на реакцию с водой, содержащейся в анализируемой пробе.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5. Обработка результатов

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по одной из формул

$$X = \frac{V T 100}{m 1000} \text{ или } X = \frac{V T 100}{V_{1\rho_2} 1000},$$

где V — объем реагента Фишера, израсходованный на титрование анализируемого препарата, см³;
 T — титр реагента Фишера, мг H₂O/cm³;

V_1 — объем анализируемого препарата, взятый для определения, см³;

m — масса навески анализируемого препарата, г;

ρ_2 — плотность анализируемого препарата, г/cm³.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 15\%$ при определении массовых долей воды от 0,01 % до 0,10 % (включительно) и $\pm 10\%$ при определении массовых долей воды свыше 0,10 % до 10 % при доверительной вероятности $p = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ ВЫСУШИВАНИЕМ

3.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в высушивании вещества до постоянной массы и определении уменьшения массы вещества.

3.2. Проведение анализа

Реактивы и материалы — по п. 2.2 настоящего стандарта.

Стаканчик для взвешивания высушивают до постоянной массы и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Помещают в стаканчик 1—5 г анализируемого препарата и взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Приоткрыв крышку, стаканчик для взвешивания с анализируемым препаратом помещают в термостат (при необходимости на корковой подставке) и сушат при 105—110 °С до постоянной массы.

Если в НТД на анализируемый продукт указан способ высушивания в эксикаторе, наполненном определенным осушителем, то в эксикатор помещают стаканчик для взвешивания с анализируемым веществом, приоткрывают крышку стаканчика и выдерживают при комнатной температуре до постоянной массы.

Допускается высушивать анализируемый препарат до постоянной массы под инфракрасной лампой, при этом платиновую или кварцевую чашку (по ГОСТ 19908) с анализируемой пробой помещают на теплостойкую подставку (например фторопластовую или керамическую).

В зависимости от свойств анализируемого препарата температура высушивания может быть другой, о чем должно быть указано в НТД на анализируемый продукт, а также должен быть указан способ высушивания и, при необходимости, осушитель.

Если нет специальных указаний в НТД на анализируемый препарат, первое взвешивание проводят после высушивания в течение 2 ч, последующие — через каждый час, пока не будет достигнута постоянная масса.

Стаканчик с анализируемым веществом с закрытой крышкой перед каждым взвешиванием помещают для охлаждения в эксикатор с прокаленным хлоридом кальция (или с другим осушителем) и выдерживают перед взвешиванием каждый раз одно и то же время, но не менее 30 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) 100}{m} ,$$

где m_1 — масса блюшки с препаратом до высушивания, г;

m_2 — масса блюшки с препаратом после высушивания, г;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа должна быть указана в НТД на анализируемый продукт.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ ОТГОНКОЙ С ОРГАНИЧЕСКИМ РАСТВОРИТЕЛЕМ (МЕТОД ДИНА И СТАРКА)

4.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в отгонке воды из смеси вещества с растворителем, образующим азеотропную смесь с водой.

4.2. Применяемые реактивы и приборы

Бензол по ГОСТ 5955 или толуол по ГОСТ 5789, или ксиол (смесь изомеров или *o*-ксиол, или *m*-ксиол, или *n*-ксиол).

Аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах по НТД.

Перед употреблением следует удалить все следы жира с градуированной трубки и с внутренней трубки холодильника тщательным промыванием их, например хромовой смесью (по ГОСТ 4517), затем дистиллированной водой и ацетоном, затем высушить их.

4.3. Проведение анализа

Анализ следует проводить в вытяжном шкафу. Массу навески анализируемого препарата выбирают в зависимости от предполагаемой массовой доли воды так, чтобы отогнанный объем воды в градуировочном цилиндре составлял 0,3—8,0 см³.

Навеску анализируемого препарата помещают в колбу аппарата и прибавляют 50—100 см³ растворителя (бензола, толуола или ксиола). Содержимое колбы тщательно перемешивают и вносят для равномерного кипения длинные капилляры или кусочки неглазурованного фарфора или прокаленной пемзы. Колбу соединяют с аппаратом и нагревают жидкость на закрытой электроплитке или песчаной бане до кипения. Кипячение ведут так, чтобы конденсирующийся растворитель не скапливался в холодильнике, а спокойно стекал навстречу поднимающимся парам жидкости со скоростью 2—4 капли в секунду. Кипячение прекращают, когда объем воды в приемнике перестанет увеличиваться и верхний слой растворителя в приемнике станет прозрачным.

Вся отогнанная вода должна собраться в нижней части приемника. Капли воды, осевшие на стенках приемника или трубке холодильника, осторожно сталкивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. После охлаждения жидкости в приемнике до комнатной температуры отмечают объем отогнанной воды.

4.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V\rho}{m} \cdot 100,$$

где V — объем воды в приемнике, см³;

ρ — плотность воды, г/см³;

m — масса навески анализируемого препарата, г.

Для определения воды в веществах, легко отдающих воду и чувствительных к нагреванию до температуры кипения толуола, в качестве растворителя применяют бензол.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 10 %.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа должна быть указана в НТД на анализируемый продукт.

4.2—4.4. (Измененная редакция, Изд. № 2).

1. Приготовление реагентов для определения воды по методу Фишера**1.1. Реактивы и материалы**

Ангидрид сернистый газообразный в баллонах.

Ацетон технический по ГОСТ 2768.

Бензол по ГОСТ 5955.

Двукись углерода твердая (сухой лед) по ГОСТ 12162.

Диметилформамид по ГОСТ 20289.

Йод по ГОСТ 4159.

Калия гидроокись (калия гидроксид) по ГОСТ 24363.

Кальция хлорид обезвоженный.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Магний первичный в чешуях по ГОСТ 804, измельченный в мелкую стружку.

Метанол-яд по ГОСТ 6995 с массовой долей воды не более 0,05 %.

Натрий йодистый 2-водный по ГОСТ 8422, высушенный до постоянной массы при 120 °C.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, высушенный до постоянной массы при 105 °C.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, высушенный до постоянной массы при 125 °C.

Пиридин по ГОСТ 13647 с массовой долей воды не более 0,1 %.

Смесь из ацетона и твердой двукиси углерода готовят постепенным прибавлением в ацетон малыми порциями твердой двукиси углерода.

Колба К-1—1000—29/32 (34/35, 45/40); П-1—1000—29/32 (34/35, 45/40) по ГОСТ 25336.

Холодильник по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1—13 (17, 25, 30) по ГОСТ 25336.

Дефлектиор по ГОСТ 25336.

Бутылки стеклянные для химических реактивов.

Цилиндр 1—100 (250, 500) или 2—100 (250) по ГОСТ 1770.

Склейки для промывания газов (склейки Тищенко) СПЖ-250 по ГОСТ 25336.

Склейка СПТ по ГОСТ 25336 (колонка).

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Термометр.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Колба КН по ГОСТ 25336.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**1.2. Приготовление обезвоженных реагентов****1.2.1. Приготовление обезвоженного метанола (с массовой долей воды не более 0,05 %)**

Обезвоженный метанол получают обработкой его метилатом магния с последующей отгонкой.

В круглодонную колбу вместимостью 1 дм³, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г чистой сухой магниевой стружки, 0,5 г йода и вливают через холодильник 200 см³ метанола. При этом происходит энергичное выделение водорода. Если водород выделяется слабо, прибавляют еще 0,5 г йода, а смесь слегка нагревают на водянной бане до превращения всего магния в метилат магния, выделяющийся на стенках колбы в виде белого осадка. Затем через холодильник приливают в колбу еще 600 см³ метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Обезвоженный метанол перегоняют, используя дефлектиор. В склейку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую в пределах 64—65,5 °C (при давлении 101330 Па). При перегонке применяют все меры предосторожности против попадания влаги воздуха в метанол.**(Измененная редакция, Изм. № 2).****1.2.2. Приготовление обезвоженного пиридина****1.2.2.1. Обезвоживание пиридина методом азеотропной отгонки воды с бензолом**В круглодонную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 500 см³ пиридина и 100 см³ бензола. Содержимое колбы тщательно взбалтывают в течение 5—10 мин и подвергают разгонке, используя дефлектиор. Затем в склейку, снабженную хлоркальциевой трубкой собирают фракцию, кипящую при 114—116 °C (при давлении 101330 Па).**1.2.2.2. Обезвоживание пиридина с предварительным высушенiem гидроокиси калия**К 1 дм³ пиридина прибавляют 50 г гидроокиси калия и выдерживают в закрытой склейке в течение 7 сут. Затем жидкость над осадком разгоняют через дефлектиор и отфильтруют фракцию, кипящую при 114—116 °C (при давлении 101330 Па), в склейку, снабженную хлоркальциевой трубкой.

1.2.3. Получение жидкого обезвожженного сернистого ангидрида

Для обезвоживания сернистый ангидрид пропускают через две последовательно соединенные склянки для промывания газов с концентрированной серной кислотой и колонку, наполненную безводным хлористым кальцием. Сернистый ангидрид конденсируется в сосуде, охлажденном смесью твердой углекислоты с ацетоном. Сосуд должен быть снабжен хлоркальциевой трубкой.

1.2.4. Приготовление обезвожженного йода

Йод растирают до мелкого зернистого порошка, насыпают тонким слоем в стаканчик для взвешивания и ставят на 2—3 сут в экскатор над безводным хлористым кальцием. Сохраняют йод в том же экскаторе.

1.2.5. Приготовление обезвожженного диметилформамида

Диметилформамид высушивают надсернокислым натрием в течение суток и перегоняют в вакуум, отбирая фракцию при стабильной температуре.

1.2.2.1—1.2.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3. Приготовление реактива Фишера

В состав реактива входят обезвоженные:

метанол-яд — 600 см³;

пиридин — 220 см³;

йод — 75 г;

сернистый ангидрид жидкий — 33 см³ (54 г).

Реактив Фишера готовят в виде двух отдельных растворов.

Раствор 1

В сухую колбу помещают 220 см³ пиридина, охлаждают колбу смесью сухого льда и ацетона, приливают в нее осторожно порциями 33 см³ жидкого сернистого ангидрида и перемешивают содержимое колбы. Температуру смеси постепенно доводят до комнатной, после чего смесь переливают в сухую склянку с пришлифованной пробкой. Кроме того, раствор 1 допускается готовить, насыщая пиридин газообразным сернистым ангидридом. Для этого стеклянную бутылку с пиридином плотно закрывают пробкой с двумя стеклянными трубками: одна, доходящая до дна бутылки, — для ввода газообразного сернистого ангидрида; вторая, короткая, — для вывода газа. Стеклянную бутылку с пиридином взвешивают, помещают в сосуд со льдом и при охлаждении ведут насыщение сернистым ангидридом до тех пор, пока привес на составит 54 г.

Раствор 2

В стеклянную бутылку темного стекла с пришлифованной пробкой вместимостью 1000 см³ помещают 600 см³ метанола и 75 г йода, закрывают пробкой, перемешивают и оставляют стоять до полного растворения йода.

Смешиванием растворов 1 и 2 в объемном соотношении 1:2,17 получают реактив Фишера с титром около 4 мг/см³.

Реактив Фишера с титром 1 мг/см³ готовят смешиванием полученного реактива с метанолом 1:1. Раствор сохраняют в герметически закрытых стеклянных бутылках, защищенных от попадания света.

1.4. Приготовление реактива Фишера видоизмененного состава

В состав реактива входят обезвоженные:

диметилформамид — 475 см³;

пиридин — 220 см³;

йод — 38 г;

ангидрид сернистый жидкий — 33 см³ (54 г).

Реактив готовят смешиванием двух растворов: раствора 1, приготовленного по п. 1.3 настоящего приложения, и раствора 2а.

Раствор 2а

В сухую стеклянную бутылку темного стекла с пришлифованной пробкой помещают 475 см³ диметилформамида и 38 г йода, закрывают бутылку пробкой, перемешивают и оставляют стоять до полного растворения йода.

Для получения реактива с титром около 1 мг/см³ смешивают 75 см³ раствора 1; 160 см³ раствора 2а и 235 см³ диметилформамида.

1.3, 1.4. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1.5. Приготовление йод-ацетатного раствора

В сухую стеклянную бутылку темного стекла с пришлифованной пробкой помещают 700 см³ метанола, 23 г йодистого натрия и 85 г безводного уксуснокислого натрия, закрывают пробкой и перемешивают содержимое бутылки до полного растворения йода и солей. Полученный раствор насыщают сернистым ангидридом (как описано в п. 1.2.3 приложения 1), пока привес не составит 23 г.

Затем объем раствора доводят метанолом до 1 дм³, перемешивают и сохраняют в герметически закрытой стеклянной бутылке, защищенной от попадания света.

Титр йод-ацетатного раствора устанавливают одним из способов, указанных для установки титра реактива Фишера (п. 2.3.2 настоящего стандарта).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Масса навески анализируемого продукта в зависимости от предполагаемой массовой доли воды

Массовая доля воды, %	Масса навески, г
До 0,01 включ.	100—10
Св. 0,01 » 0,1 »	10—5
» 0,1 » 1	5—2
» 1 » 10	2—0,3
» 10	0,3—0,05

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13.01.77 № 97
3. ВЗАМЕН ГОСТ 14870—69
4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 3686—82, СТ СЭВ 1489—79
5. В стандарт введены международные стандарты ИСО 760—78, ИСО 4318—78, ИСО 6353/1—82 (ОМ—12)
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 8682—93	2.2
ГОСТ 199—78	2.2; приложение 1	ГОСТ 8984—75	2.2
ГОСТ 804—93	Приложение 1	ГОСТ 9293—74	2.2
ГОСТ 1770—74	2.2; приложение 1	ГОСТ 10164—75	2.2
ГОСТ 2222—95	2.2	ГОСТ 10455—80	2.2
ГОСТ 2768—84	Приложение 1	ГОСТ 12162—77	Приложение 1
ГОСТ 4159—79	Приложение 1	ГОСТ 13647—78	2.2; приложение 1
ГОСТ 4166—76	Приложение 1	ГОСТ 19814—74	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2; приложение 1	ГОСТ 19908—90	3.2
ГОСТ 4517—87	4.2	ГОСТ 20015—88	2.2
ГОСТ 5789—78	4.2	ГОСТ 20289—74	2.2; приложение 1
ГОСТ 5955—75	4.2; приложение 1	ГОСТ 22967—90	2.2
ГОСТ 6709—72	2.2	ГОСТ 24363—80	Приложение 1
ГОСТ 6995—77	2.2; приложение 1	ГОСТ 24861—91	2.2
ГОСТ 8422—76	Приложение 1	ГОСТ 25336—82	2.2; приложение 1
ГОСТ 8551—74	2.2	ГОСТ 27025—86	1.6

7. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 28.06.89 № 2184
8. ИЗДАНИЕ (июнь 2005 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1983 г., июне 1989 г. (ИУС 8—83, ИУС 11—89)