

Утвержден и введен в действие  
Постановлением Государственного  
комитета стандартов  
Совета Министров СССР  
от 13 января 1977 г. N 97

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**

**ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ**

**Reagents. Methods for determination of water**

**ГОСТ 14870-77  
(СТ СЭВ 3686-82;  
СТ СЭВ 1489-79)**

Список изменяющих документов  
(в ред. Изменения N 1, утв. в мае 1983 г.,  
Изменения N 2, утв. в июне 1989 г.)

Группа Л59

ОКСТУ 2609

Дата введения  
1 января 1978 года

**Информационные данные**

1. Разработан и внесен Министерством химической промышленности СССР.

Исполнители:

Г.В. Грязнов, В.Г. Брудзь, И.Л. Ротенберг (руководители темы), В.Н. Смородинская, Т.К. Палдина, Е.Н. Яковлева, Л.В. Кидиярова, Г.Д. Тарунтаева, Н.П. Никонова, Е.Д. Шигина.

2. Утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 13.01.77 N 97.

3. Взамен ГОСТ 14870-69.

4. Периодичность проверки - 5 лет.

5. Стандарт соответствует СТ СЭВ 3686-82, СТ СЭВ 1489-79.

6. В стандарт введены международные стандарты ИСО 760-78, ИСО 4318-78, ИСО 6353/1-82 (ОМ-12).

7. Ссылочные нормативно-технические документы:

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
<a href="#">ГОСТ 61-75</a>	2.2
<a href="#">ГОСТ 199-78</a>	2.2, Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 804-72</a>	Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 1594-69</a>	4.2
<a href="#">ГОСТ 1770-74</a>	2.2, Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 2222-78</a>	2.2
<a href="#">ГОСТ 2768-84</a>	Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 3316-81</a>	2.2
<a href="#">ГОСТ 4159-79</a>	Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 4166-76</a>	Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 4204-77</a>	2.2, Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 4517-87</a>	4.2
<a href="#">ГОСТ 5072-79</a>	2.2
<a href="#">ГОСТ 5789-78</a>	4.2
<a href="#">ГОСТ 5955-75</a>	4.2, Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 6709-72</a>	2.2
<a href="#">ГОСТ 6995-77</a>	2.2, Приложение 1
<a href="#">ГОСТ 8422-76</a>	Приложение 1

ГОСТ 8551-74	2.2
ГОСТ 8682-70	2.2
ГОСТ 8984-75	2.2
ГОСТ 9293-74	2.2
ГОСТ 10164-75	2.2
ГОСТ 10455-80	2.2
ГОСТ 12162-77	Приложение 1
ГОСТ 13647-78	2.2, Приложение 1
ГОСТ 19814-74	2.2
ГОСТ 19908-80	3.2
ГОСТ 20015-88	2.2
ГОСТ 20289-74	2.2, Приложение 1
ГОСТ 20292-74	2.2
ГОСТ 22967-82	2.2
ГОСТ 24363-80	Приложение 1
ГОСТ 24861-81	2.2
ГОСТ 25336-82	2.2, Приложение 1
ГОСТ 27025-86	1.6
ТУ 6-09-1487-85	2.2

8. Переиздание (июль 1989 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в мае 1983 г., июне 1989 г. (ИУС 8-83, ИУС 11-89).

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

- а) с реактивом 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. N 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 реактива 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 реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

1.2. Выбор метода и дополнительные условия определения предусматриваются в нормативно-технической документации на анализируемые реактивы.

1.3. Вся применяемая посуда должна быть максимально обезвожена: колбы с шлифованными пробками и стаканчики 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 токе сухого воздуха.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

1.4. После окончания работы с реактивом 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 27025-86](#).

(Введен дополнительно, Изм. N 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 окклюдируемая вода.

### 2.2. Реактивы, растворы, аппаратура и материалы

Азот газообразный технический по [ГОСТ 9293-74](#), предварительно осушенный пропусканием через колонки, наполненные силикагелем и ангидроном.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709-72](#).

Йод-ацетатный раствор; готовят по п. 1.5 Приложения.

Кальция хлорид обезвоженный, предварительно прокаленный.

Кислота серная по [ГОСТ 4204-77](#).

Кислота уксусная по [ГОСТ 61-75](#), х.ч., ледяная по [ГОСТ 61-75](#) или по ГОСТ 19814-74, раствор с массовой долей 5%.

Магний хлорнокислый (магния перхлорат) безводный (ангидрон).

Метанол-яд по ГОСТ 6995-77 с массовой долей воды не более 0,05%; готовят по [п. 1.2.1](#) Приложения или по ГОСТ 2222-78, высшего сорта.

Натрий тартрат 2-водный или натрий углекислый (натрия карбонат) 3-водный по [ГОСТ 199-78](#) (массовую долю кристаллизационной воды проверяют высушиванием в термостате до постоянной массы при 120 - 125 °С).

Реактив Фишера (раствор I - смесь пиридина с диоксидом серы, раствор II - раствор йода в метаноле) по ТУ 6-09-1487 или реактив Фишера, приготовленный по [п. 1.3](#) Приложения 1.

Реактив Фишера видоизмененного состава; готовят по [п. 1.4](#) Приложения 1.

Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984-75.

Смазка ЦИАТИМ-205 по ГОСТ 8551-74 или смазка вакуумная.

Раствор воды в метаноле: готовят следующим образом: 0,3 см<sup>3</sup> воды взвешивают в сухой мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), доводят объем раствора до метки метанолом, выдержанным в течение 20 мин в термостате при 20 °С, и перемешивают. Приготовленный раствор выдерживают в термостате при 20 °С 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 20289-74, обезвоженный по [п. 1.2.5](#) Приложения 1.

1,4-Диоксан по ГОСТ 10455-80, ч.д.а.

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

Пиридин по ГОСТ 13647-78 с массовой долей воды не более 0,1%, готовят по [п. 1.2.2](#) Приложения 1.

Трихлорметан (хлороформ) по [ГОСТ 20015-88](#).

Этиленгликоль по ГОСТ 10164-75, ч.д.а.

Секундомер по ГОСТ 5072-79.

Колба 2-100-2 по [ГОСТ 1770-74](#).

Шприцы медицинские инъекционные многократного применения по ГОСТ 22967-82.

Шприцы медицинские инъекционные однократного применения по ГОСТ 24861-81.

Капельница 2-10 по [ГОСТ 25336-82](#) или другой конструкции.

Пипетка 2-2-10(20, 25, 50); 4(5, 6, 7)-2-1(2, 5, 10, 25) по ГОСТ 20292-74.

Стаканчики для взвешивания по [ГОСТ 25336-82](#).

Эксикатор 1(2)-100(140, 190, 250) по [ГОСТ 25336-82](#).

Склянка для промывания газов СПЖ-50(250) по [ГОСТ 25336-82](#).

Колба Кн-1-25(50)-14/23 или Кн-2-25(50)-18(22) по [ГОСТ 25336-82](#).

Стакан В(Н)-1-250(400, 600) по [ГОСТ 25336-82](#).

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1-13(17, 25, 30) по [ГОСТ 25336-82](#); ТХ < 45° - 14/23 по [ГОСТ 25336-82](#).

Бюретка 1(2)-2-10(25, 50)-0,05(0,10) по ГОСТ 20292-74.

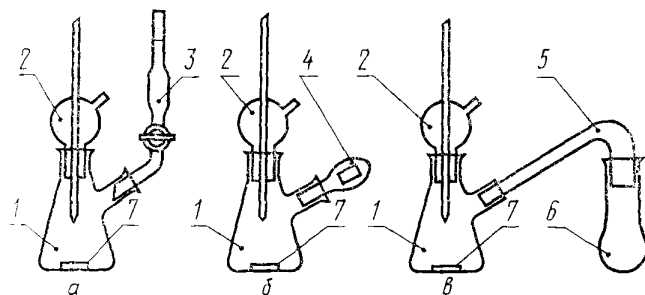
Бюретка с автоматическим нулем и склянкой, покрытой темным лаком или обернутой темной бумагой 7-2-3(10)-0,01(0,02) по ГОСТ 20292-74, снабженная поглотительной трубкой; между резиновой грушей и склянкой помещена склянка с твердым поглотителем (например, силикагелем или ингидроном).

Колба Гр-10(25, 50, 100) - 14/23 по [ГОСТ 25336-82](#).

Изгиб И < 75° 2К-14/23 - 14/23 по [ГОСТ 25336-82](#).

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

Пипетка со шлифом и краном для внесения жидких веществ в колбу для титрования ([черт. 1, а](#)).



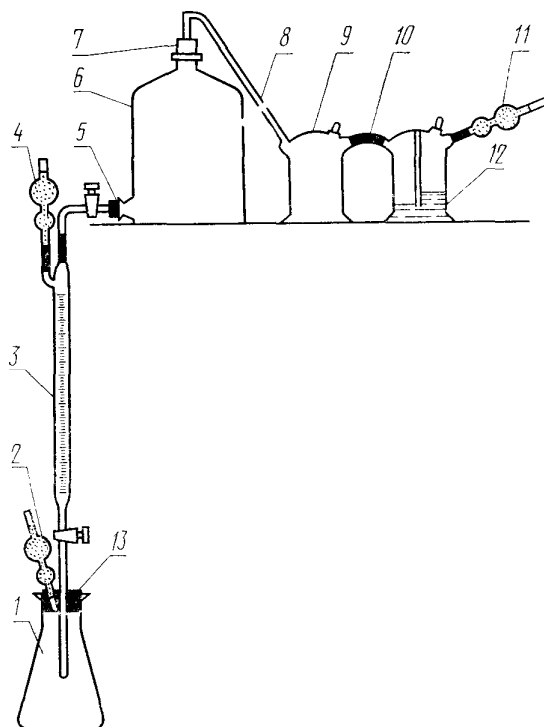
- 1 - колба для титрования вместимостью 25 - 50 см<sup>3</sup>;  
 2 - насадка бюретки с конусом КШ 19/9 по ГОСТ 8682-70;  
 3 - пипетка с конусом КШ 14/5/8 по ГОСТ 8682-70 и краном для внесения жидких реактивов в колбу для титрования (жидкость попадает в колбу при открывании крана);  
 4 - полая пробка с конусом КШ 14/5/8 по ГОСТ 8682-70 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 8682-70; 6 - перегонная колба вместимостью 5 - 10 см<sup>3</sup> с конусом КШ 19/9 по ГОСТ 8682-70 для испытуемого препарата и растворителя;  
 7 - размешиватель магнитной мешалки

Черт. 1

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).

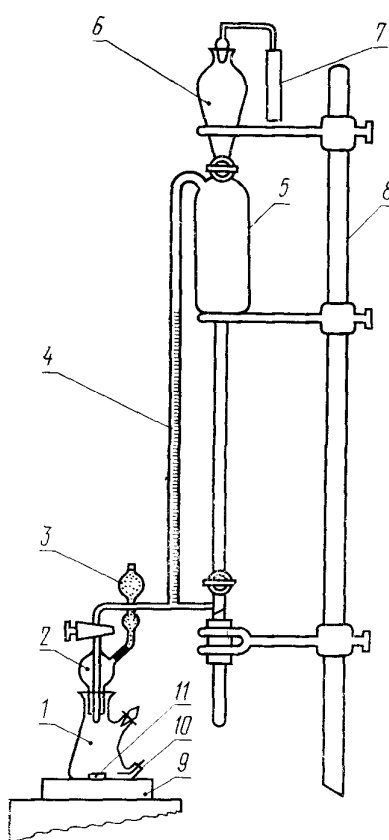


1 - колба для титрования; 2, 4, 11 - поглотительные

трубки, наполненные ангидроном 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 полиэтилена или каучука; 9 - склянка для промывания газов с реактивом Фишера для поглощения влаги из воздуха; 12 - склянка для промывания газов с серной кислотой

Черт. 2

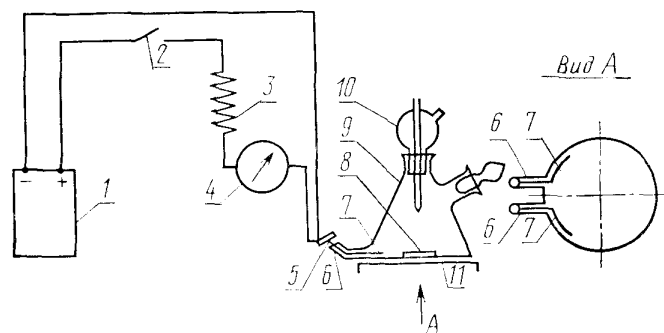
Установка для электрометрического титрования воды (черт. 3).



1 - колба для титрования; 2 - насадка бюретки со шлифом; 3, 7 - поглотительные трубки; 4 - бюретка с ценой деления 0,01 или 0,02 см<sup>3</sup>; 5 - резервуар на 500 см<sup>3</sup> 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

Схема установки для электрометрического титрования (черт. 4).



- 1 - сухой телефонный элемент типа 165-У или 145-У по ГОСТ 3316-81; 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 платиновым 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 8682-70; 11 - магнитная мешалка типа МЭА

Черт. 4

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

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

### 2.3. Подготовка к анализу

#### 2.3.1. Условия проведения анализа

Масса навески анализируемого препарата должна быть указана в нормативно-технической документации на анализируемый препарат.

Если в нормативно-технической документации 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 реактивов с массовой долей воды менее 0,005%, а также при определении воды в гигроскопических и высушенных веществах, пробы и растворители отбирают в боксе с контролируемой влажностью или перепадавливанием жидких реактивов 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 реактива 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 реактива Фишера видоизмененного состава по [п. 1.4](#) Приложения 1), 1,2-метоксиэтанол, 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-метоксиэтанола с пиридином в объемном соотношении 4:1. Все применяемые растворители должны быть максимально обезвожены.

В реактиве Фишера метанол может быть заменен на 2-метоксиэтанол. 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 реактивом Фишера, воду определяют после их химической пассивации либо после отгонки воды в виде азеотропной смеси с растворителем, указанным в нормативно-технической документации на анализируемый продукт (черт. 1).

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

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

(Измененная редакция, Изм. N 2).

### 2.3.2. Установка титра реактива Фишера

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

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

При хранении титр реактива Фишера уменьшается. Если титр реактива Фишера стал меньше чем 2 мг/см<sup>3</sup>, следует заменить реактив свежеприготовленным.

Титр реактива Фишера устанавливают одним из следующих способов.

#### А. Установка титра реактива Фишера по навеске воды

В сухую колбу для титрования вместимостью 50 - 100 см<sup>3</sup> помещают 2 - 5 см<sup>3</sup> метанола, отмеренных пипеткой, и добавляют реактив 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 реактивом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Титр реактива Фишера (Т) - масса воды в миллиграммах, соответствующая 1 см<sup>3</sup> реактива Фишера, в мг Н<sub>2</sub>О/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

где m - масса капли воды, г;

V - объем реактива Фишера, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

#### Б. Установка титра реактива Фишера по раствору воды в метаноле

В сухую колбу для титрования вместимостью 50 - 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора воды в метаноле, отмеренных пипеткой или бюреткой, и титруют реактивом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Одновременно титруют 10 см<sup>3</sup> метанола, применяемого для приготовления раствора воды, также выдержанного в термостате при 20 °С.

Титр реактива Фишера ( $T_1$ ) в мг Н<sub>2</sub>О/см<sup>3</sup> 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 реактива Фишера, израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> раствора воды, см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем реактива Фишера, израсходованный на титрование 10 см<sup>3</sup> метанола, см<sup>3</sup>.

В. Установка титра реактива Фишера по кристаллогидратам

7 - 10 см<sup>3</sup> метанола, отмеренных пипеткой, помещают в сухую колбу для титрования вместимостью 50 - 100 см<sup>3</sup> и добавляют реактив 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 реактивом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

Титр реактива Фишера ( $T_2$ ) в мг Н<sub>2</sub>О/см<sup>3</sup> вычисляют по формуле

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

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, см<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

### 2.3.3. Подготовка приборов

#### 2.3.3.1. Визуальное титрование

Установка для визуального титрования указана на [черт. 2](#).

Бюретку заполняют реактивом 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 реактивом Фишера. После заполнения бюретки следует убедиться в полноте стекания реактива.

В случае применения бюретки с автоматическим нулем и склянкой для заполнения бюретки реактивом Фишера проводят передавливанием реактива Фишера из склянки при помощи резиновой груши. При этом воздух, попадающий в установку, обезвоживается твердым поглотителем (например, силикагелем и ангидроном).

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

(Измененная редакция, Изм. N 2).

#### 2.3.3.2. Электрометрическое титрование

Титр реактива Фишера определяют по [п. 2.3.2](#).

Установка для электрометрического титрования показана на [черт. 3](#).

Резервуар для хранения реактива 5 заполняют реактивом Фишера. Из резервуара через нижний боковой кран реактив Фишера поступает в бюретку.

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 отклонение стрелки микроамперметра должно быть на всю шкалу.

### 2.4. Проведение анализа

#### А. Визуальное титрование

##### Способ 1

2 - 10 см<sup>3</sup> метанола помещают в сухую колбу для титрования, закрывают колбу пробкой со вставленным в нее концом бюретки и добавляют по каплям реактив 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 реактивом Фишера до той же окраски. Для расчета учитывают объем реактива Фишера, пошедший только на титрование анализируемого препарата.

## Способ 2

2 - 10 см<sup>3</sup> метанола помещают в сухую колбу, вносят навеску анализируемого препарата, закрывают колбу пробкой со вставленным в нее концом бюретки и титруют реактивом Фишера при перемешивании до появления красновато-коричневой окраски.

Одновременно титруют объем метанола, использованный для растворения навески препарата, и в результате 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 бюретки и титруют реактивом Фишера до появления красновато-коричневой окраски.

### Б. Электрометрическое титрование

В сухую колбу для титрования помещают метанол и размешиватель магнитной мешалки. Electroды должны быть полностью погружены в метанол, а размешиватель не должен касаться двух электродов. Включают мешалку, замыкают электрическую цепь и титруют метанол реактивом Фишера. В начале титрования реактив Фишера прибавляют со скоростью 1 капля в секунду, при этом стрелка микроамперметра отклоняется от нулевого положения. При дальнейшем прибавлении реактива стрелка микроамперметра начинает сильно колебаться. В этом случае реактив 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 приливания реактива 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 реактивом Фишера, как описано выше.

Проверив правильность титрования, отмечают объем реактива 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. N 2).

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

Растворитель, указанный в нормативно-технической документации на препарат, титруют реактивом 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 реактивом 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 реактива.

По полученным результатам строят график в координатах: объем раствора Фишера, см<sup>3</sup> - время титрования, мин.

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

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

(Измененная редакция, Изм. N 2).

## 2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m \cdot 1000} \text{ или } X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{V_1 \cdot \rho_{20} \cdot 1000},$$

где V - объем реактива Фишера, израсходованный на титрование анализируемого препарата, см<sup>3</sup>;

T - титр реактива Фишера, мг Н<sub>2</sub>О/см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> - объем анализируемого препарата, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

m - масса навески анализируемого препарата, г;

ρ<sub>20</sub> - плотность анализируемого препарата, г/см<sup>3</sup>.

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

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

(Измененная редакция, Изм. N 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 нормативно-технической документации 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 19908-80) 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 нормативно-технической документации на анализируемый продукт, а также должен быть указан способ высушивания и, при необходимости, осушитель.

Если нет специальных указаний в нормативно-технической документации 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. N 2).

#### 3.3. Обработка результатов

Массовую долю воды (X<sub>1</sub>) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  - масса бюксы с препаратом до высушивания, г;

$m_2$  - масса бюксы с препаратом после высушивания, г;

$m$  - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 10%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа должна быть указана в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

(Измененная редакция, Изм. N 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 5955-75](#) или толуол по [ГОСТ 5789-78](#), или ксилол (смесь изомеров или о-ксилол, или м-ксилол, или п-ксилол).

Аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах по ГОСТ 1594-69.

Перед употреблением следует удалить все следы жира с градуированной трубки и с внутренней трубки холодильника тщательным промыванием их, например, хромовой смесью (по [ГОСТ 4517-87](#)), 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 таким образом, чтобы отогнанный объем воды в градуировочном цилиндре составлял 0,3 - 8,0 см<sup>3</sup>.

Навеску анализируемого препарата помещают в колбу аппарата и прибавляют 50 - 100 см<sup>3</sup> растворителя (бензола, толуола или ксилола). 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

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

где  $V$  - объем воды в приемнике, см<sup>3</sup>;

$\rho$  - плотность воды, г/см<sup>3</sup>;

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 среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 10%.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа должна быть указана в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

4.2 - 4.4. (Измененная редакция, Изм. N 2).

Приложение 1  
Обязательное

## 1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ ПО МЕТОДУ ФИШЕРА

### 1.1. Реактивы и материалы

Ангидрид сернистый газообразный в баллонах.

Ацетон технический по [ГОСТ 2768-84](#).

Бензол по [ГОСТ 5955-75](#).

Двуокись углерода твердая (сухой лед) по ГОСТ 12162-77.

Диметилформамид по ГОСТ 20289-74.

Йод по [ГОСТ 4159-79](#).

Калия гидроокись (калия гидроксид) по [ГОСТ 24363-80](#).

Кальция хлорид обезвоженный.

Кислота серная по [ГОСТ 4204-77](#).

Магний первичный в чушках по ГОСТ 804-72, измельченный в мелкую стружку.

Метанол-яд по ГОСТ 6995-77 с массовой долей воды не более 0,05%.

Натрий йодистый 2-водный по ГОСТ 8422-76, высушенный до постоянной массы при 120 °С.

Натрий серноокислый по [ГОСТ 4166-76](#), высушенный до постоянной массы при 105 °С.

Натрий уксуснокислый 3-водный по [ГОСТ 199-78](#), высушенный до постоянной массы при 125 °С.

Пиридин по ГОСТ 13647-78 с массовой долей воды не более 0,1%.

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

Колба К-1-1000-29/32(34/35, 45/40);

П-1-1000-29/32(34/35, 45/40) по [ГОСТ 25336-82](#).

Холодильник по [ГОСТ 25336-82](#).

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1-13(17, 25, 30) по [ГОСТ 25336-82](#).

Дефлегматор по [ГОСТ 25336-82](#).

Бутылки стеклянные для химических реактивов.

Цилиндр 1-100(250, 500) или 2-100(250) по [ГОСТ 1770-74](#).

Склянки для промывания газов (склянки Тищенко) СПЖ-250 по [ГОСТ 25336-82](#).

Склянка СПТ по [ГОСТ 25336-82](#) (колонка).

Стаканчик для взвешивания по [ГОСТ 25336-82](#).

Термометр.

Эксикатор по [ГОСТ 25336-82](#).

Колба Кн по [ГОСТ 25336-82](#).

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

### 1.2. Приготовление обезвоженных реактивов

#### 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 дм<sup>3</sup>, снабженную обратным холодильником с хлоркальциевой трубкой, помещают 5 г чистой сухой магниевой стружки, 0,5 г йода и вливают через холодильник 200 см<sup>3</sup> метанола. При этом происходит энергичное выделение водорода. Если водород выделяется слабо, прибавляют еще 0,5 г йода, а смесь слегка нагревают на водяной бане до превращения всего магния в метилат магния, выделяющийся на стенках колбы в виде белого осадка. Затем через холодильник приливают в колбу еще 600 см<sup>3</sup> метанола и кипятят смесь в течение 30 мин. Обезвоженный метанол перегоняют, используя дефлегматор. В склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую в пределах 64 - 65,5 °С (при давлении 101330 Па). При перегонке применяют все меры предосторожности против попадания влаги воздуха в метанол.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

#### 1.2.2. Приготовление обезвоженного пиридина

##### 1.2.2.1. Обезвоживание пиридина методом азеотропной отгонки воды с бензолом

В круглодонную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> пиридина и 100 см<sup>3</sup> бензола. Содержимое колбы тщательно взбалтывают в течение 5 - 10 мин и подвергают разгонке, используя дефлегматор. Затем в склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой, собирают фракцию, кипящую при 114 - 116 °С (при давлении 101330 Па).

##### 1.2.2.2. Обезвоживание пиридина с предварительным высушиванием гидроокиси калия

К 1 л пиридина прибавляют 50 г гидроокиси калия и выдерживают в закрытой склянке в течение 7 сут. Затем жидкость над осадком разгоняют через дефлегматор и отбирают фракцию, кипящую при 114 - 116 °С (при давлении 101330 Па), в склянку, снабженную хлоркальциевой трубкой.

##### 1.2.3. Получение жидкого обезвоженного 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 обезвоженного йода

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

##### 1.2.5. Приготовление обезвоженного диметилформамида

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

##### 1.2.2.1 - 1.2.5. (Измененная редакция, Изм. N 2).

#### 1.3. Приготовление реактива Фишера

В состав реактива входят обезвоженные:

метанол-яд - 600 см<sup>3</sup>;

пиридин - 220 см<sup>3</sup>;

йод - 75 г;

сернистый ангидрид жидкий - 33 см<sup>3</sup> (54 г).

Реактив Фишера готовят в виде двух отдельных растворов.

##### Раствор 1

В сухую колбу помещают 220 см<sup>3</sup> пиридина, охлаждают колбу смесью сухого льда и ацетона, приливают в нее осторожно порциями 33 см<sup>3</sup> жидкого сернистого ангидрида и перемешивают содержимое колбы. Температуру смеси постепенно доводят до комнатной, после чего смесь переливают в сухую склянку с шлифованной 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 не составит 54 г.

##### Раствор 2

В стеклянную бутылку темного стекла с шлифованной пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 600 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>.

Реактив Фишера с титром 1 мг/см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>;

пиридин - 220 см<sup>3</sup>;

йод - 38 г;

ангидрид сернистый жидкий - 33 см<sup>3</sup> (54 г).

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

Раствор 2а

В сухую стеклянную бутылку темного стекла с пришлифованной пробкой помещают 475 см<sup>3</sup> диметилформамида и 38 г йода, закрывают бутылку пробкой, перемешивают и оставляют стоять до полного растворения йода.

Для получения реактива с титром около 1 мг/см<sup>3</sup> смешивают 75 см<sup>3</sup> раствора 1; 160 см<sup>3</sup> раствора 2а и 235 см<sup>3</sup> диметилформамида.

1.3, 1.4. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

1.5. Приготовление йод-ацетатного раствора

В сухую стеклянную бутылку темного стекла с пришлифованной пробкой помещают 700 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup>, 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. N 2).



МАССА НАВЕСКИ АНАЛИЗИРУЕМОГО ПРОДУКТА В ЗАВИСИМОСТИ  
ОТ ПРЕДПОЛАГАЕМОЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ВОДЫ

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