

ПЕСТИЦИДЫ
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ

Издание официальное

ПЕСТИЦИДЫ

Методы определения воды

Pesticides. Methods for determination of water

ГОСТ

23266—78

ОКСТУ 2409

Дата введения 01.07.79

Настоящий стандарт распространяется на пестициды и устанавливает следующие методы определения воды в пестицидных препаратах:

метод Фишера при определении в пестицидных препаратах воды с массовой долей 0,01—1,00 %;

метод Дина и Старка при определении в пестицидных препаратах воды с массовой долей более 1 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3423—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ 0,01—1,00 % (МЕТОД ФИШЕРА)

Определение проводят по ГОСТ 14870.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДЫ С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ БОЛЕЕ 1 %
(МЕТОД ДИНА И СТАРКА)****2.1. Сущность метода**

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

Метод не применим для пестицидов, обладающих хорошей летучестью в пределах температуры, близкой к температуре кипения смеси.

2.2. Реактивы, растворы, аппаратура

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Лигроин, температура кипения 90—210 °С.

Гептан, температура кипения 98 °С.

Толуол по ГОСТ 5789 или ксилол чистый каменноугольный по ГОСТ 9949, или бензол по ГОСТ 5955.

Раствор из смеси двухромовокислого калия и серной кислоты готовят по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аппаратура для количественного определения воды типа АКОВ-2 или АКОВ-10 по нормативному документу.

Электроплитка с закрытой спиралью, или масляная баня, или колбонагреватель. Не следует допускать, чтобы температура масла в бане значительно превышала температуру кипения загруженного растворителя.

Проволока медная длиной около 500 мм, один конец которой завит в спираль так, чтобы она точно входила в градуированную часть приемника и могла перемещаться в ней вверх и вниз. Небольшие кусочки прокаленной пемзы, неглазурованного фаянса, фарфора или запаянные с одной стороны капилляры для обеспечения равномерного кипения.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. (Исключен, Изм. № 2).

2.3.2. Чтобы уменьшить прилипание капелек воды к внутренней поверхности холодильника и приемника, весь прибор промывают раствором смеси двуххромовокислого калия и серной кислоты. Прибор и применяемую посуду перед использованием тщательно ополаскивают дистиллированной водой и хорошо просушивают.

2.3.3. Растворитель, предназначенный для анализа, должен быть насыщен дистиллированной водой для получения азеотропной смеси путем взбалтывания его с небольшим количеством воды и последующей перегонки. Первые мутные порции дистиллята отбрасывают, для дальнейшей работы используют прозрачный дистиллят.

2.3.2, 2.3.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Навеску анализируемого препарата, соответствующую содержанию воды не более 1,8 см³ взвешивают (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака) помещают в дистилляционную колбу (колба заполняется препаратом не более чем на одну треть объема). Затем в дистилляционную колбу добавляют растворитель в количестве, достаточном для того, чтобы полностью покрыть анализируемый препарат (100—200 см³). Содержимое колбы тщательно перемешивают и для предотвращения вспенивания вещества и обеспечения спокойного кипения на дно колбы опускают капилляры с открытым концом или кусочки фарфора, или кусочки прокаленной пемзы.

Прибор собирают и заполняют приемник растворителем, подготовленным по п. 2.3.3, вливая растворитель через холодильник, пока он не начнет перетекать в дистиллированную колбу. Для предотвращения конденсации атмосферной влаги внутри трубки в верхнюю часть холодильника вставляют ватный тампон. Дистилляционную колбу устанавливают в масляную баню или на электроплитку. Для регулирования количества флегмы колбу и трубку, ведущую к приемнику, обертывают асбестовой тканью. Перегонку ведут так, чтобы из кососрезанного конца трубки холодильника в приемник (ловушку) падало 100 капелек в минуту (1—2 капли в секунду). После того, как будет отогнана большая часть воды, скорость перегонки увеличивают до 200 капелек в минуту, (3—4 капли в секунду) и ведут перегонку до тех пор, пока вода не перестанет отгоняться. Периодически в процессе перегонки холодильник ополаскивают растворителем, подготовленным по п. 2.3.3, порциями по 5 см³, чтобы смыть всю воду со стенок холодильника.

Отделение воды от растворителя в приемнике осуществляют путем периодического перемещения медной спирали из холодильника в приемник и обратно, благодаря чему вода оседает в нижней части ловушки.

Перегонку прекращают, когда объем воды в приемнике (ловушке) перестанет увеличиваться и будет постоянным в течение 30 мин, после этого выключают нагреватель. Холодильник промывают растворителем, подготовленным по п. 2.3.3, используя медную проволоку для разрушения капелек воды.

После того, как колба охладится, а растворитель и вода в приемнике (ловушке) примут температуру окружающей среды, аппарат разбирают и сталкивают со стенок ловушки капельки воды медной проволокой.

Если растворитель мутен, то приемник необходимо поместить на 20—30 мин в горячую воду для осветления растворителя и затем охладить до комнатной температуры.

После этого определяют объем воды, собранной в приемнике (ловушке).

2.4.2. Обработка результатов

Массовую долю воды в препарате X_2 , %, вычисляют по формуле

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

где V — объем собранной воды в приемнике, см³;

m — масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 5 %.

2.4.1, 2.4.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.08.78 № 2398
2. ВЗАМЕН ГОСТ 13740—68, ГОСТ 14078—68
3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3423—81
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 4204—77	2.2
ГОСТ 4220—75	2.2
ГОСТ 4517—87	2.2
ГОСТ 5789—78	2.2
ГОСТ 5955—75	2.2
ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 9949—76	2.2
ГОСТ 14870—77	Разд. 1

5. Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта СССР от 27.06.89 № 2076
6. ИЗДАНИЕ (март 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., июне 1989 г. (ИУС 6—83, 11—89)

Редактор *Т.П. Шамина*
 Технический редактор *И.С. Гришанова*
 Корректор *Н.Л. Шнайдер*
 Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 23.03.2001. Подписано в печать 10.04.2001. Усл.печл. 0,47. Уч.-издл. 0,40.
 Тираж 155 экз. С 716. Зак. 402.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ
 Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
 Пар № 080102