

ICS 65.100;71.040.40
G 23



中华人民共和国国家标准

GB/T 1600—2001

农药水分测定方法

Testing method of water in pesticides

2001-07-13 发布

2002-02-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
农药水分测定方法

GB/T 1600—2001

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzcs.com>

电话:63787337、63787447

2002年2月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号:155066·1-18107

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是对 GB/T 1600—1979(1989)《农药水分测定方法》的修订。修订后的标准中卡尔·费休化学滴定法等效采用了国际农药分析协作委员会 CIPAC MT30.1《卡尔·费休》法,同时补充了卡尔·费休-库仑滴定仪器测定法,共沸蒸馏法等效采用了 CIPAC MT30.2《Dean and Stark》法。

本标准与 CIPAC MT30.1《卡尔·费休》法及 CIPAC MT30.2《Dean and Stark》法的主要差异为:

1 卡尔·费休法的滴定装置中,将 CIPAC MT30.1 中规定的 25 mL 自动滴定管改为 10 mL 自动滴定管。

2 卡尔·费休法使用的试剂中增加了无吡啶试剂。

3 共沸蒸馏法中,将使用的甲苯试剂由经干燥改为分析纯。

4 补充了卡尔·费休-库仑滴定仪器测定法。

本标准与原国家标准 GB/T 1600—1979(1989)的主要差异为:

1 删去了化学滴定法(卡尔·费休法)中的目测终点法。

2 卡尔·费休法使用的试剂中增加了无吡啶试剂。

3 共沸蒸馏法中,增加了在冷凝器顶部塞一疏松棉花团的要求,以防大气中水分的冷凝。

4 共沸蒸馏法中,加热回流速度由原来的每秒 2 滴~3 滴改为每秒 2 滴~5 滴。

5 补充了卡尔·费休-库仑滴定仪器测定法。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 1600—1979(1989)《农药水分测定方法》。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位:淄博科森仪器公司、淄博中惠仪器有限公司。

本标准主要起草人:高晓晖、武铁军。

本标准于 1981 年 1 月 1 日首次发布。

本标准为第一次修订。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

1 适用范围

本标准适合于农药原药及其加工制剂中水分的测定。

2 检验方法

2.1 卡尔·费休法

2.1.1 卡尔·费休化学滴定法

2.1.1.1 方法提要

将样品分散在甲醇中,用已知水当量的标准卡尔·费休试剂滴定。

2.1.1.2 试剂和溶液

无水甲醇:水的质量分数应 $\leq 0.03\%$ 。取 5 g~6 g 表面光洁的镁(或镁条)及 0.5 g 碘,置于圆底烧瓶中,加 70 mL~80 mL 甲醇,在水浴上加热回流至镁全部生成絮状的甲醇镁,此时加入 900 mL 甲醇,继续回流 30 min,然后进行分馏,在 64.5℃~65℃ 收集无水甲醇。使用仪器应预先干燥,与大气相通的部分应连接装有氯化钙或硅胶的干燥管;

无水吡啶:水的质量分数应 $\leq 0.1\%$ 。吡啶通过装有粒状氢氧化钾的玻璃管。管长 40 cm~50 cm,直径 1.5 cm~2.0 cm,氢氧化钾高度为 30 cm 左右。处理后进行分馏,收集 114℃~116℃ 的馏分;

碘:重升华,并放在硫酸干燥器内 48 h 后再用;

硅胶:含变色指示剂;

二氧化硫:将浓硫酸滴加到盛有亚硫酸钠(或亚硫酸氢钠)的糊状水溶液的支管烧瓶中,生成的二氧化硫经冷井(如图 1)冷至液状(冷井外部加干冰和乙醇或冰和食盐混合)。使用前把盛有液体二氧化硫的冷井放在空气中气化,并经过浓硫酸和氯化钙干燥塔进行干燥。

酒石酸钠;

卡尔·费休试剂(有吡啶):将 63 g 碘溶解在干燥的 100 mL 无水吡啶中,置于冰中冷却,向溶液中通入二氧化硫直至增重 32.3 g 为止,避免吸收环境潮气,补充无水甲醇至 500 mL 后,放置 24 h。此卡尔·费休试剂的水当量约为 5.2 mg/mL。也可使用市售的无吡啶卡尔·费休试剂。

2.1.1.3 仪器

滴定装置见图 2。

试剂瓶:250 mL,配有 10 mL 自动滴定管,用吸球将卡尔·费休试剂压入滴定管中,通过安放适当的干燥管防止吸潮。

反应瓶:约 60 mL,装有两个铂电极,一个调节滴定管尖的瓶塞,一个用干燥剂保护的放空管,待滴定的样品通过入口管或可以用磨口塞开闭的侧口加入,在滴定过程中,用电磁搅拌。