

o i l 言

本标准与 S 6 3 1 1 8 《 I O 5 一; 第 2 1 部分: 般试验方法 》 G 1 《一 中 M 卡 尔 · 费 休 析 剂 3

法》的一致性程度 为非等效, 主要差异如下:

- 按照汉语习惯对一些编排格式进行了修改;
- 将一些适用于国际标准的表述改为适用于我国标准的表述;
- 增加了“ 配制 卡尔 · 费 休 试剂所用 的 甲醇 、 乙 二 醇 甲 醚 、 吡 啶 用 分 子 筛 脱 水 , 将 碘 在 硫 酸 干 燥 中 放 置 4 h 进 行 脱 水 ” 8 的 规 定 ;
- 增 加 了 由 硫 酸 分 解 亚 硫 酸 钠 制 备 二 氧 化 硫 的 装 置 示 意 图 ;
- 本 标 准 未 采 用 “ 可 用 二 水 合 酒 石 酸 钠 对 卡 尔 · 费 休 试 剂 进 行 标 定 ” 的 规 定 , 只 规 定 了 用 水 或 甲 醇 一 水 标 准 溶 液 进 行 标 定 ;
- 本 标 准 未 采 用 反 滴 定 测 定 水 分 的 方 法 , 只 规 定 了 直 接 滴 定 法

本标准代替 GB/T 6 9 8 化学试剂 / 水分测定 通用方法 ( 卡尔 · 费 休 法 ) 》 与 G / 6 6 , B T 《 0

1 8 相 比 主 要 变 化 如 下 : 9 8

- 增加 了 “ 可 依 据 样 品 性 质 选 用 市 场 上 其 它 配 方 的 卡 尔 · 费 休 试 剂 ” 内 容 ( 的 本 版 的 第 4 章 ) ;
- 增加 了 用 水 标 定 卡 尔 · 费 休 试 剂 滴 定 度 的 方 法 ( 版 的 6 2 1 ; 本 . . )
- 修 改 了 原 标 准 中 用 水 标 准 溶 液 标 定 卡 尔 · 费 休 试 剂 滴 定 度 的 计 算 公 式 ( 9 8 年 版 的 6 2 本 版 1 8 的 6 2 2
- 取 消 了 原 标 准 中 的 附 录 A ; 附 录 B 附 录 C 将 相 关 内 容 编 入 正 文 ( 、 , 本 版 的 第 4 章 、 5 ) 第 本 标 准 由 中 国 石 油 和 化 学 工 业 协 会 提 出 。

本标准 由全 国 化 学 标 准 化 技 术 委 员 会 化 学 试 剂 分 会 归 口 。

本标准起草单位 : 北 京 化 学 试 剂 研 究 所 、 湖 南 化 学 试 剂 总 厂 。

本标准主要起草人 : 刘 冬 霓 、 关 瑞 宝 、 强 京 林 、 玉 林 、 郝 王 素 芳 、 尹 兆 武 。

本标准于 9 5 年 首 次 发 布 , 9 7 1 6 1 7 年 第 一 次 修 订 , 9 8 1 8 年 第 二 次 修 订 。

# 化学试剂

## 水分测定通用方法 卡尔·休法费

### 范围

本标准规定了化学试剂中用卡尔·费休试剂测定微量水分的通用方法。  
 本标准适用于化学试剂产品中微量水分的测定。  
 本标准不适用于能与卡尔·费休试剂的主要成分反应并生成水的样品以及能还原碘或氧化碘化物

样品中水分的测定。

### 2 规范性引用文件

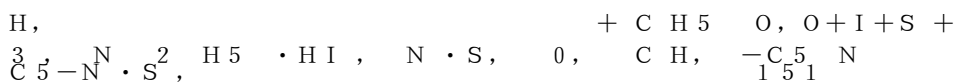
下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包含勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议各方研究

是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB / 6 2 9 2 8 - 1 9 分析实验室用水规格和试验方法 (e I O 9 : 9 7 B T 6 n q 3 6 1 8 ) S 6

### 原理

卡尔·费休试剂（二氧化硫、碘和甲醇或乙二醇甲醚组成的溶液）碘、吡啶能与样品中的水发生反应式如下：



以合适的溶剂溶解样品（或萃取样品中的水）用已知滴定度的卡尔·费休试剂滴定，用永停法确定滴定终点，可测出样品中水的质量分数即

### 试剂

#### 4.1 水.

实验用水应符合 GB T 8-19 中三级水规格。 / 6 2 9

#### 2 6

4.2 在 50 °C ± 5 °C 的高温炉中灼烧 2 h 于干燥器（得放干燥剂），不中冷却至室

#### 4.3 乙醇.

分析纯。如水的质量分数大于 0.0%，4.5 用 A 分子筛脱水，按每毫升溶剂。1 K 分子筛加入，置 2 h 以上。放 4

#### 4.4 乙二醇甲醚.

分析纯。如水的质量分数大于 0.0%，4.5 用 A 分子筛脱水，5 按每毫升溶剂。1.9 分子筛加入，置 2 h 以上。放 4

#### 4.5 碘.

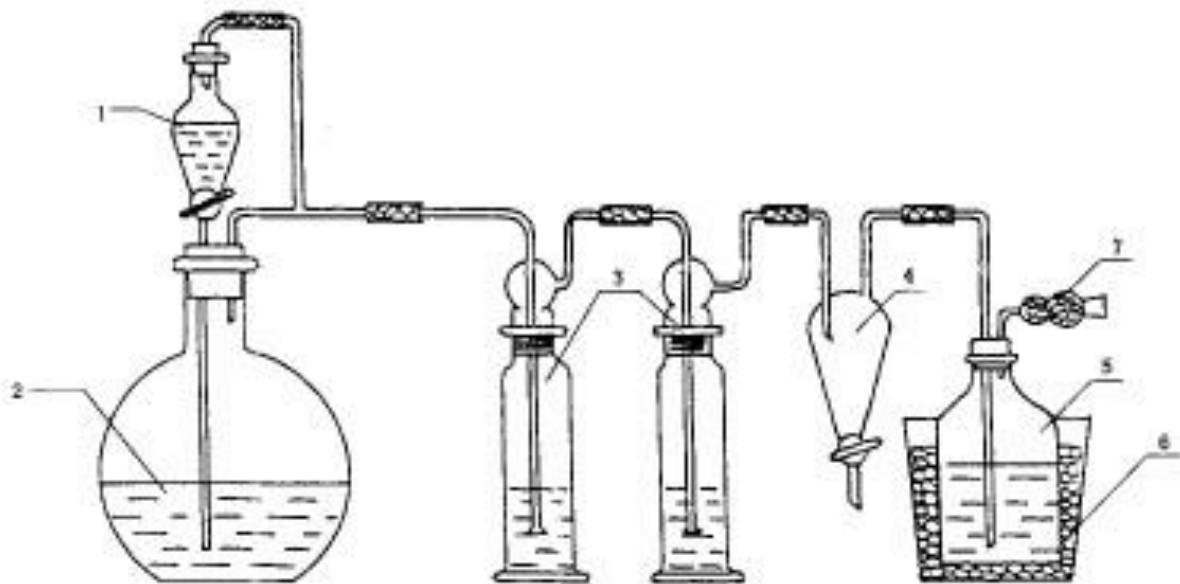
分析纯。于硫酸干燥器中干燥 4 h 以上。 8

#### 4.6 吡啶.

分析纯。如水的质量分数大于 0.0%，4 分子筛脱水，5 用 A 按每毫升溶剂 0.19 分子筛加入，置 2 h 以上放 4

4.7 二氧化硫

用硫酸分解亚硫酸钠或由二氧化硫钢瓶直接取得。  
 二氧化硫制备及制备及吸收装置见图 1。



- 1—浓硫酸；
- 2—亚硫酸钠饱和溶液；
- 3—浓硫酸洗瓶；
- 4—分离器；
- 5—盛有碘、吡啶、甲醇或乙醇甲醇溶液的吸收瓶；
- 6—冰水浴；
- 7—干燥管。

图 1 二氧化硫制备及吸收装置示意图

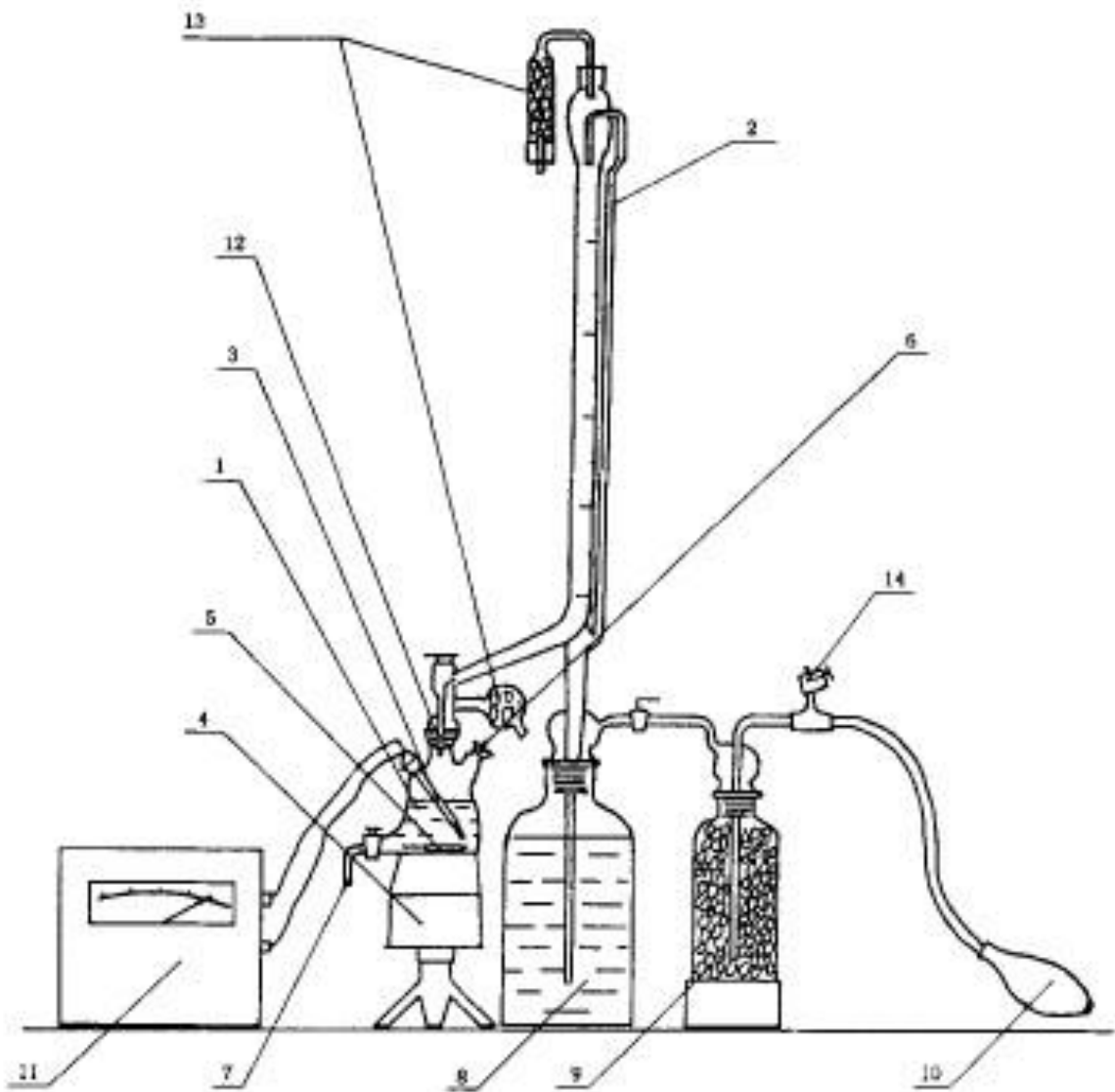
4.8 卡尔·费休试剂

量取 670 mL 甲醇 (或乙醇、乙二醇、甲醚) 于干燥的磨口棕色瓶中, 加入 8 g 碘, 盖紧瓶塞, 加入 270 mL 吡啶, 摇匀, 于冰水浴中冷却, 缓慢通入二氧化硫, 使增加的质量约为 5 g, 盖紧瓶塞, 摇匀, 于暗处放置使用。使用前按卡尔·费休试剂的滴定度。费休试剂用于样品水分测定应使用乙醇、乙醇、吡啶配制的卡尔·费休试剂。

目前市场上有其他配方的卡尔·费休试剂出售, 其中包括不含吡啶的卡尔·费休试剂, 使用者可根据样品性质选用, 但应注意, 选用后的测定结果应与按本标准规定配制的卡尔·费休试剂测定结果一致, 如不一致, 应以按本标准配制的卡尔·费休试剂测定结果为准。

5 滴定装置

滴定装置见图 2。

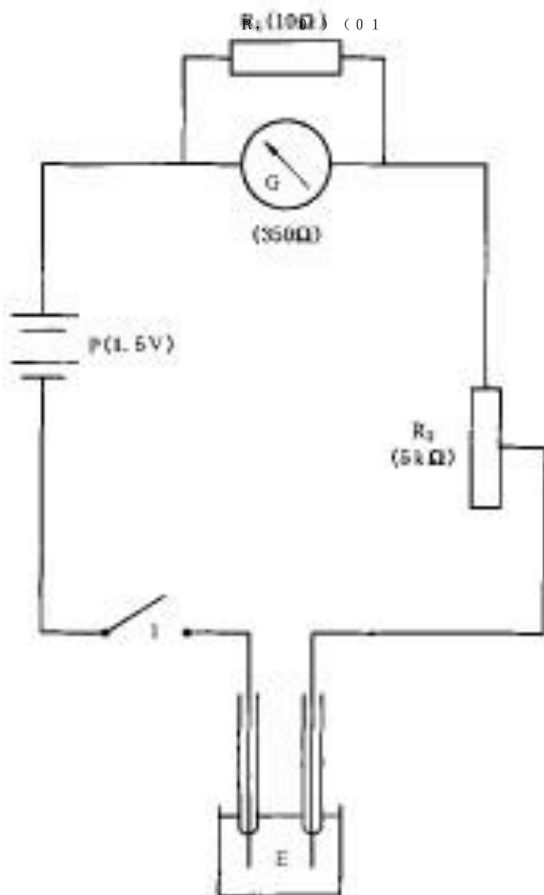


- 1—反应瓶；
- 2—自动滴定管，分度值为 0.05 mL，5 ；
- 3—铂电极；
- 4—电磁搅拌器；
- 5—搅拌子；
- 6—进样口；
- 7—废液排放口；
- 8—试剂瓶；
- 9—干燥塔；
- 10—压力球；
- 11—1 终点电测装置；
- 11—2 磨口接头；
- 11—3 硅胶干燥管；
- 14—4 螺旋夹。

图 2 滴定装置示意图

安装前，玻璃器皿均应于约 130℃ 的电烘箱中干燥。  
滴定装置应注意密封，凡与空气相通处均应与硅胶干燥管相连。

目前市场上已有“卡尔·费休法水分测定仪”出售，使用者也可按仪器性能进行选择。  
终点电测装置线路方框图，见图 3：



- P 1 电池;
- S 开关;
- i 铂电极;
- R1 和 R2 电阻;
- G 微安表。

图 3 终点电测装置线路方框图

6 测定

6.1 终点的确定

6.1.1 永停法

永停法确定终点，其原理为：在浸入溶液中的两铂电极间加一电压，若溶液中有水存在，则阴极极化，电极之间无电流通过。滴定至终点时，液中含有碘及碘化物存在，两铂电极去极化，溶液导电，电流突然增加至最大值，并稳定 1 min 以上，即为终点。

6.1.2 目测法

目测法确定终点，其原理为：至终点时，因有过量碘存在，溶液由浅黄色变为棕黄色。

6.2 卡尔·费休试剂滴定度的标定

6.2.1 用水标定卡尔·费休试剂滴定度

于反应瓶中加入一定体积的甲醇（浸铂电极）在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点，加入 0.01 g 水，精确至 0.0001 g，用卡尔·费休试剂滴定至终点，并记录卡尔·费休试剂的用量 ( ) 尔 V。

卡尔·费休试剂的滴定度 T，以“数值对 ml 表示”，按式 (1) 计算：

$$T = \frac{m}{V} \text{ 等} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m —— 加入水的质量的数值，单位为克 (g)；



V——滴定时所用卡尔·费休试剂体积的数值，单位为毫升（mL）。

6.2.2 卡尔·费休试剂的测定

6.2.2.1 卡尔·费休试剂(0.002 g/mL)的制备

称取0.2g碘，精确至0.0001g，置于100 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，插入于10 mL容量瓶中，用甲摇匀。临用前制备。

于反应瓶中加入一定体积的甲醇(浸没铂电极)在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。再加入50 mL甲醇(应与制备水标准溶液所用甲醇同一瓶)用卡尔·费休试剂滴定至终点，并记录卡尔·费休试剂用量(V1)。加入50 mL水标准溶液，用卡尔·费休试剂滴定至终点，记录卡尔·费休试剂用量(V2)。

卡尔·费休试剂的滴定度以“数值”表示，按式(2)计算。式中T表示按式(2)计算：

T = (5.0 \* c) / (V2 - V1) (2)

式中：

5.0——加入水标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c——水标准溶液浓度的准确数值，单位为克每毫升（g/mL）；

V1——滴定时所用卡尔·费休试剂体积的数值，单位为毫升（mL）；

V2——滴定时所用卡尔·费休试剂体积的数值，单位为毫升（mL）。

6.3 样品中水的测定

于反应瓶中加入一定体积的甲醇或产品标准中规定的溶剂(浸没铂电极)在搅拌下用卡尔·费休试剂滴定至终点。迅速加入产品标准中规定量的样品，用卡尔·费休试剂滴定至终点。

样品中水的质量分数以“数值”表示，按式(3)或式(4)计算：

w = (V1 \* T) / m \* 100 (3)

或

w = (V1 \* T) / (V2 \* P) \* 100 (4)

式中：

V1——滴定时所用卡尔·费休试剂体积的数值，单位为毫升（mL）；

T——卡尔·费休试剂的滴定度的准确数值，单位为克每毫升（g/mL）；

m——样品质量的数值，单位为克（g）；

V2——液体样品体积的数值，单位为毫升（mL）；

P——液体样品的密度，单位为克每毫升（g/mL）。