

中华人民共和国国家标准

化 学 试 剂

水分测定通用方法 (卡尔·费休法)

Chemical reagent

General method for the determination of water
(Karl Fischer method)

UDC 543.06
:54-41

GB 606-88

代替 GB 606-77

本标准等效采用国际标准ISO 6353/1-1982《化学分析试剂——第一部分：通用试验方法》中GM12“水——卡尔·费休法”，即ISO 760-1978《水的测定——卡尔·费休法（通用方法）》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用卡尔·费休试剂测定微量水的通用方法。

本标准适用于部分固体和液体有机试剂中游离水或结晶水的测定。

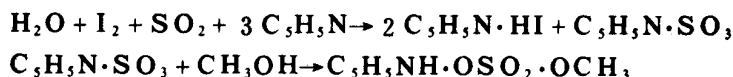
本标准不适用于能与卡尔·费休试剂的主要成分反应并生成水的样品以及能还原碘或氧化碘化物的样品中水分的测定。

2 引用标准

GB 6682 实验室用水规格

3 方法原理

卡尔·费休试剂（碘、二氧化硫、吡啶和甲醇组成的溶液）能与试样中的水定量反应，反应式如下：



以合适的溶剂溶解样品（或萃取出样品中的水），用已知滴定度的卡尔·费休试剂滴定，即可测出样品中水的含量。

滴定终点用“永停”法或目测法确定。

4 试剂

实验用水应符合GB 6682中三级水的规格。

4.1 甲醇：分析纯。如水含量大于0.05%，用4 A分子筛脱水。按每毫升溶剂0.1g分子筛的比例加入，放置24h以上。

4.2 乙二醇甲醚：分析纯。如水含量大于0.05%时，用4 A分子筛脱水。按每毫升溶剂0.1g分子筛的比例加入，放置24h。如水含量较高时，可适当多加分子筛并延长放置时间。

4.3 碘：分析纯。于硫酸干燥器中干燥48h以上。

4.4 吡啶：分析纯。如水含量大于0.05%时，用4 A分子筛脱水。按每毫升溶剂0.1g分子筛的比例加入，放置24h以上。

4.5 二氧化硫：钢瓶二氧化硫或用硫酸分解亚硫酸钠制得。均需经干燥脱水处理。二氧化硫发生装置

见附录A（补充件）。

4.6 4 A分子筛：在500℃焙烧2 h，于干燥器（不得放干燥剂）中冷却至室温。

4.7 卡尔·费休试剂：量取670 mL甲醇（4.1）或乙二醇甲醚（4.2）于1000 mL干燥的磨口棕色瓶中，加入85 g碘（4.3），盖紧瓶塞，振摇至碘全部溶解，加入270 mL吡啶（4.4），摇匀，于冰水浴中冷却，缓慢通入二氧化硫（4.5），使增重达65 g左右，盖紧瓶塞，摇匀，于暗处放置24 h以上。

用乙二醇甲醚代替甲醇配制的卡尔·费休试剂，可用于含活泼羰基的化合物中水分的测定，试剂的稳定性也可得到改善。

4.8 水标准溶液（0.002 g/mL）：准确称取0.2 g水，称准至0.0002 g，置于100 mL容量瓶中，用甲醇（4.1）稀释至刻度，摇匀。

5 仪器及装置

滴定装置见附录B（补充件），由以下各部分组成：

5.1 自动滴定管：分度值为0.05 mL。

5.2 反应瓶。

5.3 铂电极。

5.4 电磁搅拌器。

5.5 微安计。

5.6 磨口棕色玻璃贮瓶。

5.7 终点电测装置：线路方框图见附录C（补充件）。

安装前，玻璃器皿均应于130℃烘干。安装时应注意密封，凡与空气相通处均应与硅胶干燥管相接。

6 操作步骤

6.1 终点的确定

本标准规定用“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，两电极之间无电流通过。滴定至终点时，溶液中同时有碘及碘化物存在，阴极去极化，溶液导电，电流突然增加至一最大值并稳定1 min以上，此时即为终点。

无色的样品也可用目测法确定终点。滴定至终点时，因有过量碘存在，溶液由浅黄色变为棕黄色。

6.2 卡尔·费休试剂的标定

在反应瓶中加入一定体积（浸没铂电极）的甲醇（4.1），在搅拌下用卡尔·费休试剂（4.7）滴定至终点。加5 mL甲醇（4.1），滴定至终点并记录卡尔·费休试剂的用量（ V_1 ），此为水标准溶液的溶剂空白。加5 mL水标准溶液（4.8），滴定至终点并记录卡尔·费休试剂的用量（ V_2 ）。卡尔·费休试剂的滴定度按式（1）计算：

$$T = \frac{m}{V_2 - V_1} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——卡尔·费休试剂的滴定度，g/mL；

m——加入水标准溶液中水的质量，g；

V_1 ——滴定溶剂空白时卡尔·费休试剂的用量，mL；

V_2 ——滴定水标准溶液时卡尔·费休试剂的用量，mL。

6.3 样品中水分的测定

在反应瓶中加入一定体积（浸没铂电极）的甲醇（4.1）或产品标准中所规定的样品溶剂，在搅拌下用卡尔·费休试剂（4.7）滴定至终点。迅速加入产品标准中规定数量的样品，滴定至终点并记录卡尔·费休试剂的用量（ V_1 ）。样品中水的含量按式（2）或式（3）计算：

$$X = \frac{V_1 \times T}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

或

$$X = \frac{V_1 \times T}{V_2 \times \rho} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X ——样品中水的百分含量, %;

V_1 ——滴定样品时卡尔·费休试剂的用量, mL;

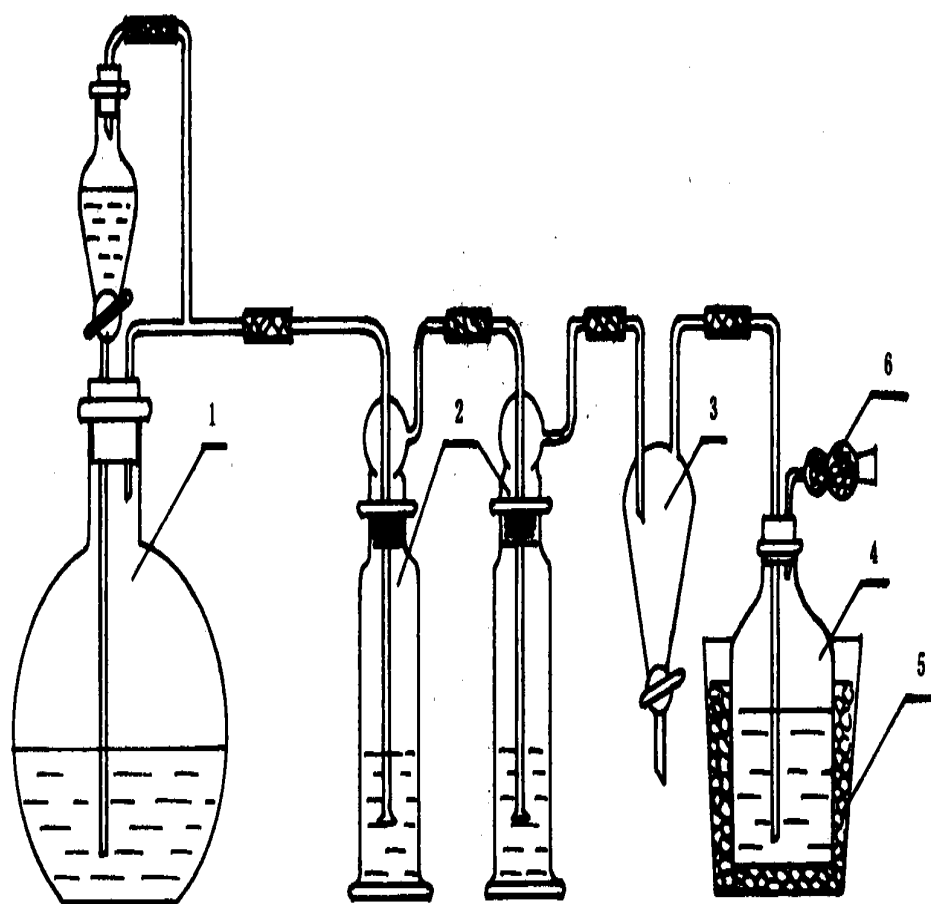
T ——卡尔·费休试剂的滴定度, g/mL;

m ——加入样品的质量, g;

V_2 ——加入液体样品的体积, mL;

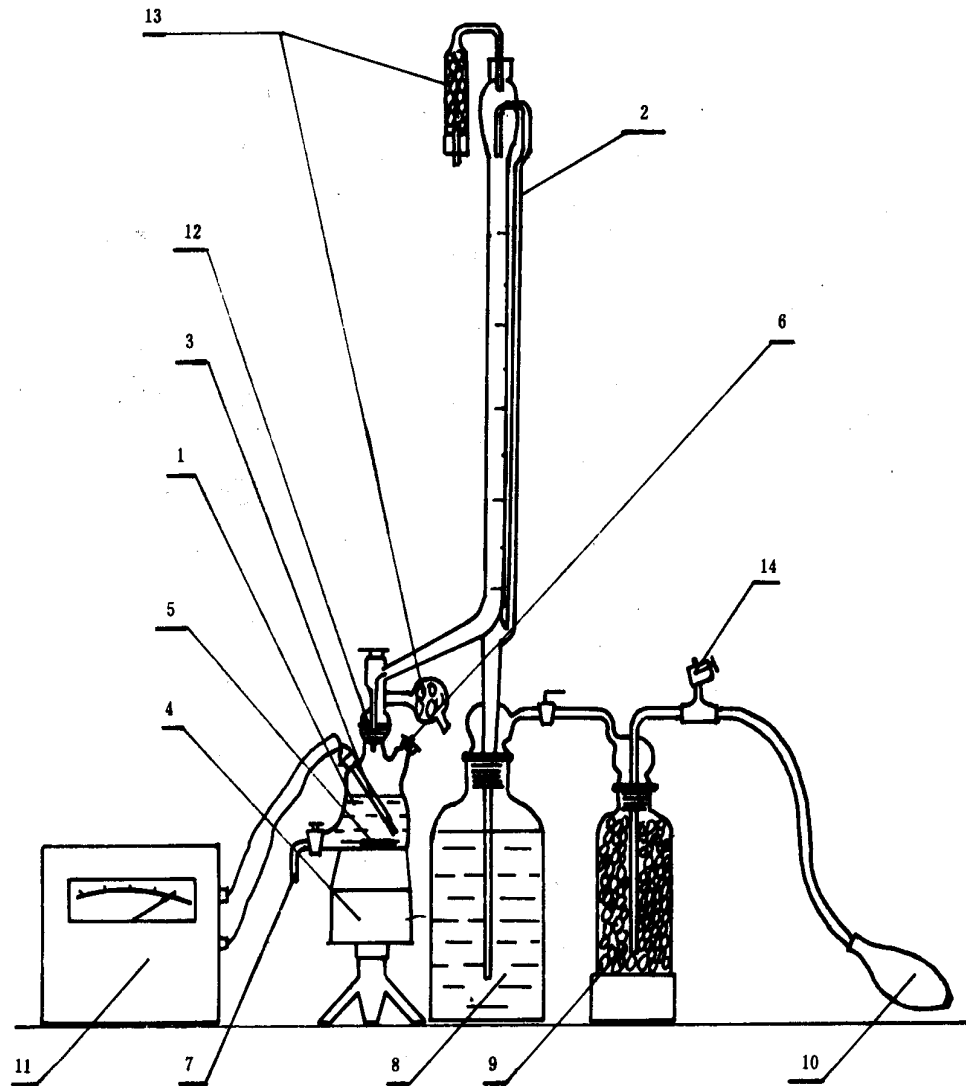
ρ ——液体样品的密度, g/mL。

附录 A
二氧化硫发生装置
(补充件)



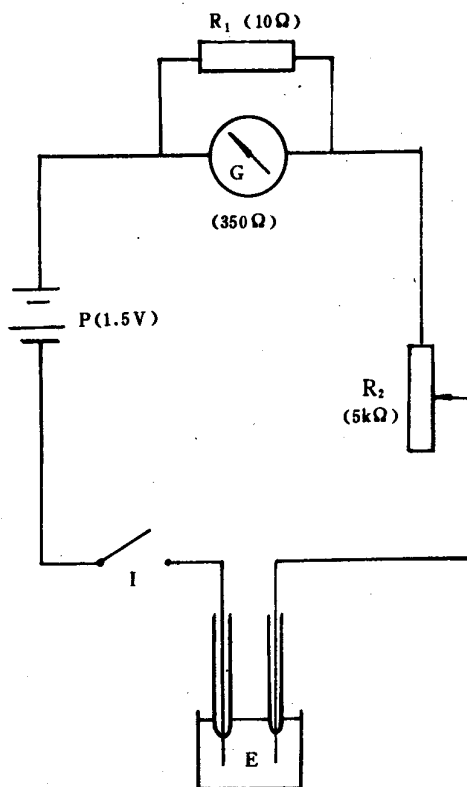
1—二氧化硫气体发生器；2—浓硫酸洗瓶；3—分离器；
4—盛有碘、吡啶溶液的吸收瓶；5—冰浴；6—干燥管

附录 B
滴定装置图
(补充件)



- 1—反应瓶；2—自动滴定管；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—试剂贮瓶；9—干燥塔；
10—压气球；11—终点电测装置；12—磨口接
头；13—干燥管；14—螺旋夹

附录 C
终点电测装置线路方框图
(补充件)



P—电池；I—开关；E—铂电极；R₁和R₂—电阻；G—微安表

附录 D
本标准与国际标准在技术内容上的差异
(参考件)

本标准除根据我国标准格式对国际标准ISO 760—1978作编辑性修改外，在技术内容上的差异为：

- D1 国际标准规定了直接滴定和返滴定两种方法，本标准只规定用直接滴定一种方法。
- D2 国际标准规定，标定卡尔·费休试剂可用纯水、二水合酒石酸钠或甲醇—水标准溶液，本标准只规定用甲醇—水标准溶液标定卡尔·费休试剂。
- D3 配制卡尔·费休试剂所用的甲醇、吡啶、乙二醇甲醚的脱水由蒸馏改为用4 Å分子筛处理。本标准规定在硫酸干燥器中放置48 h以上使碘干燥脱水，国际标准对此未做规定。
- D4 本标准给出了由硫酸分解亚硫酸钠制备二氧化硫装置的示意图。