



中华人民共和国国家标准

GB/TXXXXX—XXXX

精油 水分含量的测定 卡尔费休法

Essential oils—Determination of water content—Karl Fisher method

(ISO 11021:1999, Essential oils-Determination of water content-Karl Fisher method,
IDT))

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2021年12月31日)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件使用翻译法等同采用国际标准ISO 11021:1999《精油 水分含量的测定 卡尔费休法》。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

精油 水分含量的测定 卡尔费休法

1 范围

本标准适用于以卡尔费休法测定精油中水分含量的方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO 212-2007 精油 取样

GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 14454.1-2008 香料 试样制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

水分含量 **water content**

按本标准规定的程序测定的某指定精油中的水分量。

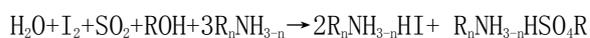
注：水分含量以质量百分数表达[通常被表示为% (m/m)]。

4 原理

存在于试样中的水分被干燥的甲醇吸收。让水分与卡尔费休试剂（不含吡啶）反应，而卡尔费休试剂预先用一个卡尔费休装置以滴定法进行过标定。反应终点通过电测法获得。

5 反应式

在按卡尔费休法测定水分的过程中，存在于样品中的水分，在一种胺和一种醇存在下，与碘和二氧化硫反应：



其中，R是一个烷基或烷氧基。

反应的终点用电测法按碘的剩余量来得到。

6 试剂

仅使用得到认可的分析纯试剂和蒸馏水，或去矿物的水，或相同纯度的水。

6.1 甲醇，含水量不超过 0.05%（质量分数）。如果本试剂含水量超过这一值，则以蒸馏法加以干燥，即在惰性气体（氮气，氦气等）氛围下与事先用碘活化过的镁屑一起蒸馏，用一个烧瓶收集馏出液，此烧瓶上有一根装有干燥剂的保护管，以防止水分进入烧瓶。或用 2-甲氧基乙醇（6.2）。

6.2 2-甲氧基乙醇（乙二醇单甲醚或甲基溶纤剂），含水量不超过 0.05%（质量分数）。如果本试剂含水量超过这一值，则以蒸馏法干燥之，弃去含有水分的最初几毫升馏出液。

6.3 卡尔费休试剂，不含吡啶，滴定率（度）低于 4.0mg/ml；单组分或双组分体系。该滴定率（度）应每天测定。

如果存在羰基化合物，则应该使用一种合适的卡尔费休试剂。

注：卡尔费休试剂在市场上有合适的商品出售。

6.4 酒石酸二钾盐（ $C_4H_4O_6K_2 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ ），或水。

7 仪器

见GB/T 6283-2008。

所有使用的玻璃仪器应在约130℃的烘箱中预先干燥30分钟，然后储存于一个含有干燥剂的干燥器中，让其冷却至室温。

自动滴定管不应在烘箱中加热。它们应该用无水乙醇或丙酮和干燥空气流干燥。

特别是常用的实验室仪器见下列：

7.1 滴定仪

按卡尔费休方法自动测定水分的仪器，市场上有售。它由7.1.1至7.1.5几个部分组成。

7.1.1 终点指示器，用于按电位滴定法滴定。

7.1.2 铂制双电极。

7.1.3 磁性搅拌器，它装有一根覆盖了聚四氟乙烯的搅拌棒，在旋转频率 150r/min 至 300r/min（转/分钟）下操作。

7.1.4 滴定容器，大约 200ml 容量，至少有三个磨砂玻璃接口。

将一个磨砂玻璃接口连接到自动滴定管上。再将铂制双电极置于自动滴定管中，并将此铂制双电极放入第二个接口中，第三个接口被用来加试剂和样品。容器底部的排放口是一个优点。将此排放口用一根体积不超过 0.5ml 的毛细管与滴定容器连接在一起。用干燥管或干燥受器关闭滴定容器上的所有通气接口，以防止来自空气中水分的影响。干燥管中装有有效的干燥剂或分子筛，而干燥受器中填装了卡尔费休试剂（6.3）。

7.1.5 自动滴定管，25ml 体积，刻度间隔为 0.05ml，有试剂管和干燥管。

滴定管的最小间隔根据制造商的资料（例如0.02ml）。

保护好试剂瓶，滴定管和卡尔费休试剂（6.3），避水和避光。

7.2 烘箱

用于干燥玻璃仪器，温度调节至 $130^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

8 取样

推荐取样方法如下。

根据盛装精油的容器的形状和大小，将精油摇匀。（若精油较稠厚或含有结晶的，则采用适当办法将精油温热，融化为均一液体）。用不含污染精油的取样管深入容器高度的20%处、40-60%处及95%处，分别抽取所需样品的 $\frac{1}{3}$ 量。将此三种混合摇匀，即为试样。

注：要注意，GB/T 14454.1-2008中给出的方法不能被用来制备试样，因为它专门指明不适用于进行水分测定的试样。

9 操作程序

9.1 滴定仪的准备

按仪器制造商的指南准备滴定仪器（7.1），每个接口处都抹上润滑剂。滴定容器的密封情况是特别重要的。

将25ml干燥甲醇（6.1）或2-甲氧基乙醇（6.2）置于滴定容器（7.1.4）中。要保证铂制双电极（7.1.2）的金属部分完全浸没。开始自动滴定（7.1.3）。

加入卡尔费休试剂（6.3），使之与甲醇中的微量水发生反应，滴定和终点的确定由仪器自动控制。

9.2 卡尔费休试剂的标准化

按9.1准备滴定仪器。

称量（精确到0.0001g）约0.300g酒石酸氢钾（6.4）。定量地尽快地将酒石酸氢钾（ m_1 ）引入滴定容器（7.1.4）中。

用卡尔费休试剂滴定由酒石酸二钾盐引入容器的已知量水分以进行标准化。

滴定和终点由仪器自动控制。

记录用于与酒石酸氢钾作用的卡尔费休试剂体积（ V_1 ）。

试剂的标准化也可用已知量的纯水（ m_2 ）（大约0.040g，精确到0.0001g）来进行。

记录与水作用的卡尔费休试剂体积（ V_2 ）。

进行几次滴定而不改变滴定容器。以结果的算术平均值来计算相对于试剂的水当量（10.1）。

9.3 测定

按9.1准备滴定仪器。

根据样品中预期的水量，取一定量（ V_0 ml）的样品（如果水分 $<3\%$ ，取10.0ml，如果水分 $<1\%$ ，则取25.0ml）。在温度低于 25°C 的情况下将所取样品快速放入滴定容器中，可能会出现起浆和不溶情况。

用磁性搅拌器（7.1.3）一边搅拌一边自动滴定。滴定和终点的识别由仪器自动控制。记录所用试剂的体积（ V_3 ）。

对每个样品进行三次测定，以结果的算术平均值作计算（10.2）。

10 结果的表示

10.1 卡尔费休试剂的水当量

按下列公式之一，计算卡尔费休试剂（6.3）的水当量，T，表示为每毫升试剂的水毫克数：

$$T = \frac{m_1}{V_1} \times \frac{0.5 \times 18}{235.28} \text{ 或 } T = \frac{m_2}{V_2}$$

式中：

m_1 ——引入的酒石酸二钾盐（6.4）（当这一试剂被用于标准化时）的质量，以毫克计；

V_1 ——卡尔费休试剂（6.3）用于标准化时的体积，以毫升计；

0.5——每摩尔酒石酸二钾盐的水摩尔数；

18——水的相对分子质量；

235.28——酒石酸二钾盐的相对分子质量；

m_2 ——已知纯水（被用于标准化时）的质量，以毫克计；

V_2 ——被用于标准化的卡尔费休试剂（6.3）的体积，以毫升计。

10.2 精油的水分含量

精油的水分含量， W_w ，以质量百分数表示，见下列公式：

$$W_w = \frac{V_3 \times T}{V_0 \times \rho \times 10}$$

式中：

V_0 ——是试样（9.3）的体积，以毫升计；

ρ ——样品的密度，20℃时每毫升的克数；

V_3 ——用于测定（9.3）的卡尔费休试剂（6.3）的体积，以毫升计；

T——水当量，按10.1计算的每毫升卡尔费休试剂（6.3）的水毫克数。

为计算精油的密度，从相对密度所得的值乘以20℃时水的密度（0.99823g/ml）即可。

11 试验报告

测试报告应专门指明以下几点：

——所用方法；

——所得的测试结果；

——本标准中未指明的任何操作详情，以及可能影响测试结果的情况。

该测试报告应包含样品完整鉴定所需的所有信息。

参 考 文 献

- [1] ISO 760 水分含量的测定 卡尔费休法
 - [2] ISO 356 精油 试样的制备
-