

卡尔费休容量滴定法测定异辛酸钴中的水分

发布日期：2026 年 10 月 20 日

适用仪器：卡尔费休水分仪（容量滴定法）

1 前言

异辛酸钴是油漆、油墨的催干剂，也是不饱和聚酯树脂、橡胶等行业常用的催化剂，水分含量是其生产、储存和使用过程中的关键质量控制指标：水分过高会降低催化活性，并可能导致产品浑浊、沉淀，影响下游产品性能。异辛酸钴通常为深蓝色或紫蓝色粘稠液体，颜色深、粘度大，传统目视滴定法难以准确判断终点。

本方案依据 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）》（以下简称卡尔费休法），采用卡尔费休水分仪（容量滴定法）测定其水分含量。卡尔费休容量法基于 I_2 、 SO_2 与水的定量反应，仪器以永停滴定法指示终点，滴定过程中持续监测电极电流，当电流达到预设的终点电流（ $5\ \mu A$ ）时判定终点，再根据消耗的卡尔费休试剂体积计算水分含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

卡尔费休水分仪（容量滴定法），配自动进液排液系统、永停电极（双铂电极）、电子天平（感量 $0.1\ mg$ ）、微量进样器（ $10\ \mu L$ ）、注射器，以及 $200\ mL$ 密封反应池、搅拌子、试剂瓶、干燥管等配套附件。

2.2 试剂

卡尔费休试剂（滴定剂）、卡尔费休专用溶剂（无水甲醇）、纯水（图 1）。



(a) 仪器



(b) 试剂

图 1 卡尔费休水分仪 (a) 与卡尔费休试剂及专用溶剂 (b)

3 实验方法

3.1 准备工作

- (1) 仪器连接电源，打开开关，等待系统启动并进入主页面；点击“手动控制”，选择“复位”并等待复位完成。
- (2) 依次执行“混匀”“冲管”，确保滴定剂充分混匀、滴定管路内充满滴定剂。
- (3) 使用自动进液排液系统向反应池内加入无水甲醇至浸没电极（用于冲洗池壁），摇晃反应池使池壁上残留的水溶入溶剂，再将池内液体排空。
- (4) 记录测定时的环境温度与相对湿度（本次 26 °C、52% RH）。环境湿度偏高时，应缩短反应池敞口时间，打空白完成后立即加样，减少环境水分渗入。

3.2 打空白

- (1) 使用自动进液排液系统，向反应池内加注无水甲醇约 100~120 mL，浸没电极。
- (2) 进入打空白设置页面，设置好参数后点击“开始”；待打空白完成后点击“返回”，回到主页面。
- (3) 本次打空白消耗卡尔费休试剂 6.2228 mL。打空白为预滴定，用于除去溶剂与实验装置的本底水分，其数值不进入结果计算，但每次测定前均须执行；打空白的平衡电流（5 μ A）与极化电压（100 mV）应与后续滴定度校准、样品测定保持一致。

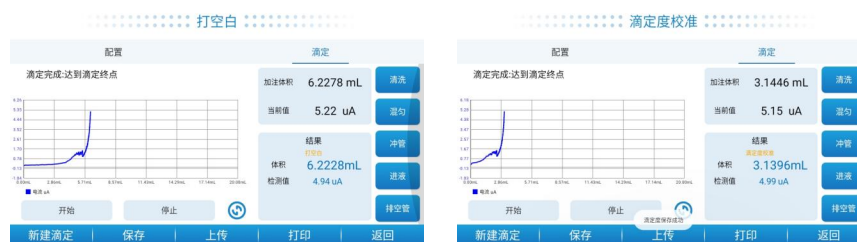
3.3 滴定度校准

- (1) 使用微量进样器抽取 10 μ L 纯水（25 °C 下按纯水密度约 1.000 g/mL 折算，相当于 10 mg 水），经进样口注入反应池。抽取时应确保无气泡；抽水后用吸水纸将针头外壁拭干，注入时针头须没入溶剂内。
- (2) 进入“滴定度校准”页面，按与打空白、样品测定一致的参数设置后点击“开始”，滴定完成后保存校准结果，打空白曲线与校准界面见图 2。
- (3) 平行标定 3 次，取 3 次平均值作为滴定度，结果见表 1。

表 1 滴定度平行标定结果（n=3）

标定次数	纯水加入体积/ μ L	消耗试剂体积/mL	滴定度/(mgH ₂ O/mL)
1	10	3.1396	3.1851
2	10	3.1388	3.1859
3	10	3.1408	3.1839
平均值	10	3.140	3.185
RSD	—	—	0.03%

注：连续平行标定 3 次；RSD 为 3 次滴定度结果的相对标准偏差。

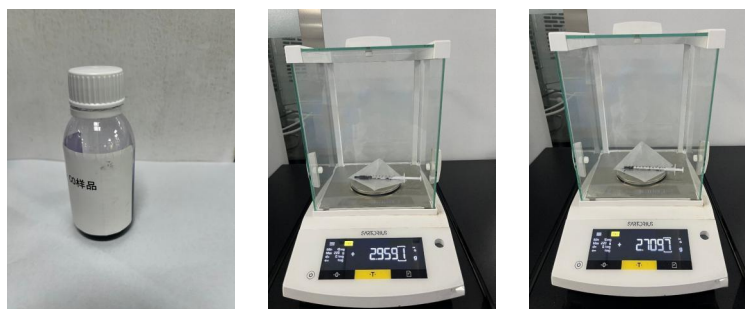


(a) 打空白 (b) 滴定度校准

图 2 打空白曲线 (a) 与滴定度校准界面 (b)

3.4 样品测定

- (1) 在已完成打空白和滴定度校准的基础上进行下述步骤；3 个平行样共用同一次打空白结果和同一个滴定度。
- (2) 异辛酸钴为粘稠液体，用注射器取样：先称量盛有样品的注射器（毛重），将样品注入反应池后再次称量，两次质量之差即为取样质量（减量法），样品实物与两次称量见图 3。



(a) 样品实物 (b) 第一次称量 (c) 第二次称量

图 3 样品实物 (a) 与减量法称量过程 (b) (c)

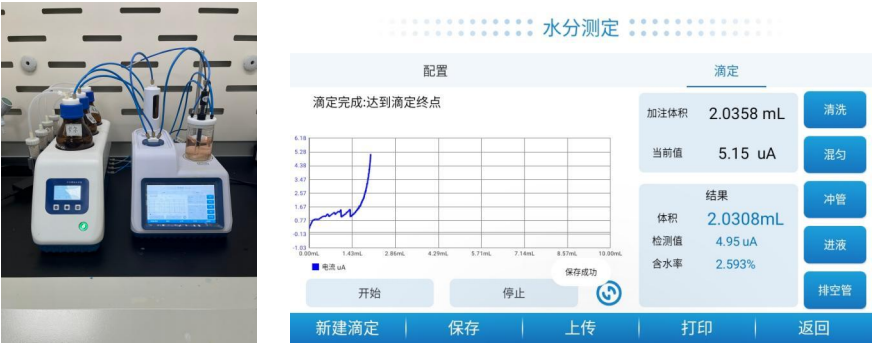
- (3) 进入滴定设置页面，按表 2 设置滴定参数。

表 2 滴定参数设置

参数项	设置值	参数项	设置值
电极类型	双铂电极	滴定方式	动态
滴定管规格	10 mL	预加体积	0
极化电压	100 mV	预搅拌时间	60 s
平衡电流	5 μ A	最小、最大添加	0.005、0.1 mL
推挤等待	1000 ms	搅拌速度	高速

注：极化电压与平衡电流须与打空白、滴定度校准保持一致；预加体积设为 0，以避免未知含水样品的预加偏差；样品粘稠，搅拌速度选高速以保证溶液均匀。滴定方式为动态，最小、最大添加为单次添加量的控制上下限，实际添加量随滴定进程自动调整。

(4) 滴定完成后，仪器自动显示消耗滴定剂的体积与含水率等结果，滴定过程与平行样 1 的测定界面见图 4。



(a) 样品滴定过程 (b) 平行样 1 测定界面

图 4 样品滴定过程 (a) 与平行样 1 的水分测定界面 (b)

4 结果与讨论

4.1 计算公式

样品中水的质量分数按下式计算：

$$w = \frac{VT}{m \times 1000} \times 100\%$$

式中：

- (*w*)——样品中水的质量分数，单位为百分比（%）；
- V*——滴定样品时消耗的卡尔费休试剂体积，单位为毫升（mL）；
- T*——卡尔费休试剂的滴定度（mgH₂O/mL），本方案为 3.185；
- m*——样品质量的数值，单位为克（g）；
- 1000——质量换算为毫克的系数；100——换算为百分数的系数。

4.2 测试结果

3 个平行样的测定结果见表 3，平行样 2、3 的仪器测定界面见图 5。

表 3 异辛酸钴水分测定结果（n=3）

样品名称	平行样号	取样质量/g	滴定体积/mL	含水率/%	平均值/%
异辛酸钴	1	0.2494	2.0308	2.593	2.591
	2	0.2718	2.2078	2.587	
	3	0.2358	1.9200	2.593	

注：同一份混匀样品平行取样 3 份，滴定度均为 3.185 mgH₂O/mL；表中数值为仪器原始读数（滴定体积 4 位小数、含水率 3 位小数），未作修约。

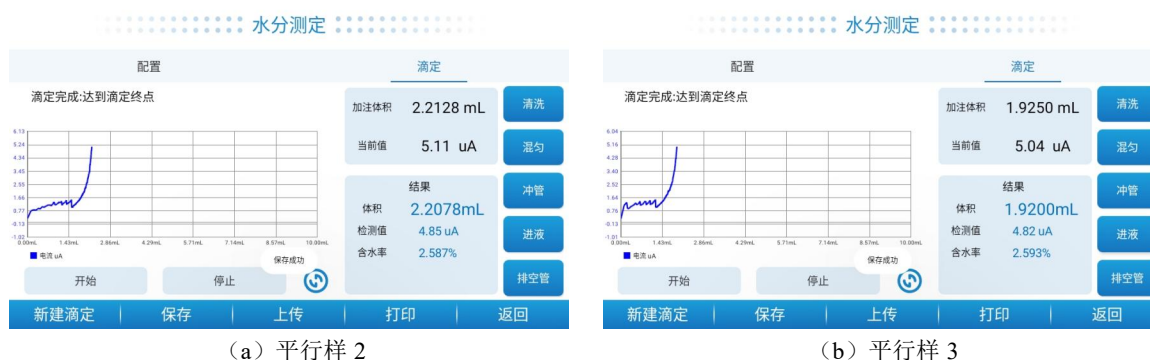


图 5 平行样 2、3 的水分测定界面

4.3 精密度

同一样品在相同条件下平行测定 3 次 ($n=3$)，含水率为 2.587%~2.593%，平均 2.591%，相对标准偏差 (RSD) 为 0.14%，重复性良好。

5 方案特点与优势

5.1 方法优势

- (1) 终点判断客观：永停滴定法以预设的终点电流自动判定终点，不受样品颜色与浊度影响，有效解决了异辛酸钴深色液体目视终点判断困难的问题。
- (2) 自动化程度高：滴定、终点判断与体积记录均由仪器自动完成，减少人为误差。
- (3) 操作简便、适用性强：前处理简单，样品注入溶剂后直接滴定；适用于异辛酸钴等深色、粘稠液体样品，其他样品需经方法验证。

5.2 关键操作要点

- (1) 滴定剂混匀：卡尔费休滴定剂使用前应充分混匀，避免吸潮影响结果。
- (2) 取样与分散：异辛酸钴粘度较大，应用注射器取样并确保样品混匀；加样前可提前开启搅拌，或将预搅拌时间由表 2 的 60 s 适当延长，使水分充分释放。
- (3) 电极维护：双铂电极使用后应及时清洗，避免残留物影响响应灵敏度。
- (4) 密封性检查：定期检查管路 with 反应池密封性，防止环境水分渗入。

6 结论

本方案采用卡尔费休水分仪（容量滴定法）、以永停滴定法指示终点测定异辛酸钴中的水分，3 次平行测定 ($n=3$) 的含水率为 2.587%~2.593%，平均 2.591%，RSD 为 0.14%，精密度良好。该方法操作简便、自动化程度高、不受样品颜色与浊度影响，满足 GB/T 6283—2008 的要求，可用于异辛酸钴等金属有机化合物中水分含量的质量控制；推广至其他深色、粘稠液体样品时需经方法验证。

7 参考文献

[1] 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）[S]. 北京：中国标准出版社, 2008.

本文档为通用技术方案，具体仪器操作请参考对应设备说明书。