

附录Ⅷ M 水分测定法

第一法（费休氏法）

A. 容量滴定法

本法是根据碘和二氧化硫在吡啶和甲醇溶液中能与水起定量反应的原理以测定水分。所用仪器应干燥，并能避免空气中水分的侵入；测定操作宜在干燥处进行。

费休氏试液的制备与标定

(1) 制备 称取碘（置硫酸干燥器内 48 小时以上）110g，置干燥的具塞锥形瓶中，加无水吡啶 160ml，注意冷却，振摇至碘全部溶解后，加无水甲醇 300ml，称定重量，将锥形瓶置冰浴中冷却，在避免空气中水分侵入的条件下，通入干燥的二氧化硫至重量增加 72g，再加无水甲醇使成 1000ml，密塞，摇匀，在暗处放置 24 小时。

也可以使用稳定的市售卡尔—费休氏试液。市售的试液可以是不含吡啶的其他碱化剂，不含甲醇的其他醇类等；也可以是单一的溶液或由两种溶液混合而成。

本液应遮光，密封，置阴凉干燥处保存。临用前应标定浓度。

(2) 标定 精密称取纯化水 10~30mg，用水分测定仪直接标定。

或精密称取纯化水 10~30mg（视费休氏试液滴定度和滴定管体积而定），置干燥的具塞玻璃瓶中，除另有规定外，加无水甲醇适量，在避免空气中水分侵入的条件下，用本液滴定至溶液由浅黄色变为红棕色，或用电化学方法（如永停滴定法（附录Ⅶ A）等）指示终点；另作空白试验，按下式计算：

$$F=W/(A-B)$$

式中 F 为每 1ml 费休氏试液相当于水的重量，mg；

W 为称取重蒸馏水的重量，mg；

A 为滴定所消耗费休氏试液的容积，ml；

B 为空白所消耗费休氏试液的容积，ml。

测定法 精密称取供试品适量，除另有规定外，溶剂为无水甲醇，用水分测定仪直接测定。

或精密称取供试品适量（约消耗费休氏试液 1~5ml），置干燥的具塞玻璃瓶中，加溶剂适量，在不断振摇（或搅拌）下用费休氏试液滴定至溶液由浅黄色变为红棕色，或用电化学方法（如永停滴定法（附录Ⅶ A）等）指示终点；另作空白试验，按下式计算：

$$\text{供试品中水分含量}(\%) = (A-B) F/W \times 100\%$$

式中 A 为供试品所消耗费休氏试液的容积，ml；

B 为空白所消耗费休氏试液的容积，ml；

F 为每 1ml 费休氏试液相当于水的重量，mg；

W 为供试品的重量，mg。

称取供试品时，如供试品引湿性较强或毒性较大，可取适量于干燥的容器中并密封（宜在通干燥惰性气体的手套操作箱中操作），精密称定，用干燥的注射器注入适量无水甲醇或其他适宜溶剂，精密称定总重，振摇使供试品溶解，测定该溶液的水分。洗净并烘干容器，精密称定其重量。同时测定溶剂的水分。按下式计算：

$$\text{供试品中水分含量}\% = \frac{(W_1 - W_3)c_1 - (W_1 - W_2)c_2}{W_2 - W_3} \times 100\%$$

式中 W_1 为供试品、溶剂和容器的重量，g

W_2 为供试品、容器的重量，g

W_3 为容器的重量，g

c_1 为供试品溶液的水分，g/g

c_2 为溶剂的水分，g/g

此外，亦可将水分测定仪和商品化的卡氏干燥炉联用测定供试品水分。即将一定量的供试品在干燥炉或样品瓶中加热，并用干燥气体将蒸发出的水分导入水分测定仪中测定。

B. 库仑滴定法（略）

第二法（甲苯法）（略）