



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 1154—2018

卡尔·费休容量法水分测定仪

Karl Fischer Volumetric Titrators for Water Content

2010-06-25 发布

2018-09-25 实施

国家市场监督管理总局 发布

**卡尔·费休容量法水分
测定仪检定规程**

**Verification Regulation of Karl Fischer
Volumetric Titrators for Water Content**

JJG 1154—2018

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：山东省计量科学研究院

本规程委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规程主要起草人：

王海峰（中国计量科学研究院）

马 康（中国计量科学研究院）

李占元（中国计量科学研究院）

参加起草人：

许爱华（山东省计量科学研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 概述	(1)
3 计量性能要求	(1)
4 通用技术要求	(2)
4.1 法制计量管理标志和标识	(2)
4.2 外观要求	(2)
4.3 常规检查	(2)
5 计量器具控制	(2)
5.1 检定条件	(2)
5.2 检定项目和检定方法	(2)
5.3 检定结果的处理	(4)
5.4 检定周期	(4)
附录 A 卡尔·费休容量法水分测定仪检定原始记录格式	(5)
附录 B 检定证书/检定结果通知书内页格式	(7)

引 言

本规程按照 JJF 1002—2010《国家计量检定规程编写规则》的要求进行编写。本规程参考了 GB/T 606—2003《化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法》、GB/T 11133—2015《石油产品、润滑油和添加剂中水含量测定法（卡尔·费休法）》和 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）》等文件中与卡尔·费休容量法有关的术语、符号与定义，以及技术要求、技术指标和检验方法。

本规程为首次发布。

卡尔·费休容量法水分测定仪检定规程

1 范围

本规程适用于卡尔·费休容量法水分测定仪的首次检定、后续检定和使用中检查。

2 概述

卡尔·费休容量法水分测定仪（以下简称仪器）主要用于测定石油、化工、医药、食品和电力等行业产品的水分含量。卡尔·费休反应的基本原理是：在非水溶剂体系中，碘、二氧化硫和微量水按照物质的量 1 : 1 : 1 的比例反应。反应式见式（1）。



上述反应式中， CH_3OH 、 SO_2 、 I_2 、 H_2O 和 RN 分别表示甲醇、二氧化硫、碘、水和有机碱。

仪器的主要构成部分包括：滴定池、滴定管、指示电极、搅拌系统（含搅拌子）和控制系统。样品的水分含量可以根据卡尔·费休滴定剂的滴定度和消耗体积，以及样品质量计算得到，如公式（2）所示。

$$x = \frac{T \cdot V}{1\,000 \cdot m} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

x ——样品水分含量，%；

T ——滴定剂的滴定度，mg/mL；

V ——滴定剂的体积，mL；

m ——样品质量，g。

卡尔·费休试剂分为单组分试剂和双组分试剂。单组分试剂（即单组分滴定剂）含有碘、二氧化硫、有机碱（如吡啶）和甲醇。使用单组分试剂时，通常用甲醇作为滴定溶剂，用于溶解样品。双组分试剂分为滴定剂和滴定溶剂。滴定剂含有碘、有机碱和甲醇；滴定溶剂含有二氧化硫、有机碱和甲醇，用于溶解样品。

3 计量性能要求

仪器计量性能要求见表 1。

表 1 仪器计量性能要求

检定项目	计量性能要求
水分含量示值最大允许误差	$\pm 7\%$
水分含量重复性	不超过 3%

4 通用技术要求

4.1 法制计量管理标志和标识

铭牌应标明仪器名称、型号、制造厂名和出厂编号，应有型式批准的标志及编号。

4.2 外观要求

显示屏的各种信息显示清晰。

4.3 常规检查

控制面板上所有按键和开关均能正常工作。仪器的滴定池应密封良好。搅拌功能和自动滴定功能正常。

5 计量器具控制

计量器具控制包括首次检定、后续检定和使用中检查。

5.1 检定条件

5.1.1 环境条件

环境温度：10℃～30℃。

环境湿度：≤80%RH。

周围无强电磁干扰。

5.1.2 计量标准器及配套设备

5.1.2.1 有证标准物质

检定时应使用液体水分含量国家有证标准物质（以下简称水分标准物质）。标准物质水分含量在0.1%～5.0%范围内，相对扩展不确定度不大于1.5%（ $k=2$ ）。

5.1.2.2 天平

实际分度值为0.1 mg的Ⅰ级电子天平，经检定合格。

5.1.3 其他材料

进样器：1 mL和5 mL。

无水甲醇：分析纯。

5.2 检定项目和检定方法

5.2.1 首次检定、后续检定及使用中检查项目如表2所示。

表2 检定项目

检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
通用技术要求	+	+	—
水分含量示值相对误差	+	+	+
水分含量重复性	+	+	—
注：凡需检定的项目用“+”表示，不需检定的项目用“—”表示。			

5.2.2 通用技术要求的检查

按4的要求用目视和手动的方法进行检查。

5.2.3 水分示值相对误差和水分重复性的检定方法

5.2.3.1 实验准备

用无水甲醇冲洗滴定杯后，移除滴定杯中溶液。使用单组分卡尔·费休试剂的仪器，在滴定池中加入适量的无水甲醇作为溶剂；使用双组分卡尔·费休试剂的仪器，在滴定池中加入适量的滴定溶剂。打开仪器电源，运行测量程序，仪器自动开始预滴定。当漂移值小于仪器规定的限值后，预滴定结束，仪器进入待机状态。使用水分标准物质或纯水校准滴定剂的滴定度。

5.2.3.2 水分示值相对误差

用进样器抽取水分标准物质，反复润洗多次。然后抽取一定体积的水分标准物质（控制进样含水量约为 1 mg），用干燥的吸水纸擦拭进样器针尖后，放置在天平上，待天平示数稳定后清零。开始样品测定，将样品注入滴定池，滴定自动进行。滴定结束后仪器自动记录滴定剂消耗体积。再次称量进样器，通过减量法得到注入水分标准物质的质量。根据公式（2）计算样品水分含量。按照上述方法测量 3 次，根据公式（3）计算水分含量的平均值；根据公式（4）计算水分含量的示值相对误差。按照相同的方法，控制样品含水量分别约为 5 mg、10 mg 和 20 mg，各测量 3 次，计算各含水量检定点的水分含量平均值及其示值相对误差。

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (3)$$

$$r = \frac{\bar{x} - x_0}{x_0} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

$\bar{x}$ ——水分含量测量结果的平均值，%；

x_i ——第 i 次水分含量的测量结果，%；

n ——测量次数， $n=3$ ；

r ——水分含量的示值相对误差，%；

x_0 ——水分标准物质水分含量的认定值，%。

5.2.3.3 水分含量重复性的检定

按照 5.2.3.2 所述的测量方法，控制样品含水量为 5 mg，重复测量 6 次，根据公式（5）计算水分含量测量结果的相对标准偏差。

$$s_r(x) = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

$s_r(x)$ ——水分含量测量结果的相对标准偏差，%；

x_i ——第 i 次水分含量的测量结果，%；

$\bar{x}$ ——水分含量测量结果的平均值，%；

n ——测量次数， $n=6$ 。

5.3 检定结果的处理

按本规程要求检定合格的仪器发给检定证书（内页格式见附录 B）；任一应检项目不合格的仪器，判定为仪器不合格，发给检定结果通知书（内页格式见附录 B），并注明不合格项目。

5.4 检定周期

检定周期一般不得超过 1 年。在此期间内，仪器经修理或对测量结果有怀疑时，应及时进行检定。

附录 A

卡尔·费休容量法水分测定仪检定原始记录格式

原始记录编号_____ 检定证书编号_____
 仪器名称_____ 仪器型号_____
 制造厂_____ 出厂编号_____
 送检单位_____ 环境温度_____℃
 环境湿度_____ %RH 检定地点_____
 水分标准物质编号_____ 水分标准物质批号_____
 标准物质水分认定值_____ % 标物水分相对扩展不确定度 ($k=2$) _____ %
 滴定剂的滴定度_____ $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$

1. 法制计量管理标志和标识_____

2. 外观检查_____

3. 常规检查_____

4. 水分含量示值相对误差检定

含水量 mg	标准物质质量 g	水分含量 %	水分含量平均值 %	水分含量示值相对误差 %
1				
5				
10				
20				

5. 水分含量重复性检定

含水量 mg	标准物质质量 g	水分含量 %	水分含量平均值 %	相对标准偏差 %
5				

检定日期____年____月____日 检定员____核验员____

附录 B

检定证书/检定结果通知书内页格式

B.1 检定证书/检定结果通知书第 2 页式样

证书编号

检定机构授权说明				
检定环境条件及地点： 温 度： ℃ 地 点： 湿 度： % RH 其 他：				
检定使用的计量基（标）准装置/主要标准器/主要仪器				
名 称	测量范围	不确定度/准确度	证书编号	证书有效期至 (YYYY-MM-DD)

B.2 检定证书第3页式样

证书编号

检 定 结 果

检定项目		检定结果
通用技 术要求	法制计量管理标志和 标识的要求	合格
	外观要求	合格
	常规检查	合格
水分含量示值相对误差		不超过 $\pm 7.0\%$
水分含量重复性		不超过 3%
检定结论		合格

(以下空白)

B.3 检定结果通知书第3页式样

证书编号
检 定 结 果

检定项目		检定结果
通用技 术要求	法制计量管理标志和标识的要求	
	外观要求	
	常规检查	
水分含量示值相对误差		
水分含量重复性		
检定不合格项目： 检定结论：		不合格

(以下空白)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 计 量 检 定 规 程
卡 尔 · 费 休 容 量 法 水 分 测 定 仪
JJG 1154—2018

国家市场监督管理总局发布

*

中国质检出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2018年8月第一版

*

书号: 155026 · J-3314

版权专有 侵权必究



JJG 1154-2018