



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 2386—2014  
代替 GB/T 2386—2006

---

## 染料及染料中间体 水分的测定

Dyestuffs and intermediate of dyes—Determination of moisture content

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 2386—2006《染料及染料中间体 水分的测定》，与 GB/T 2386—2006 相比，主要技术变化如下：

- 修改了结果的保留精度(见 3.1、3.2、3.3, 2006 年版的 3.1、3.2、3.3)；
- 增加了快速烘干法(见 3.2.2)；
- 修改了试验报告内容(见第 4 章, 2006 年版的第 4 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位：金华双宏化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：马君庆、徐建成、章国栋、杨振梅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 2386—1980、GB/T 2386—2003、GB/T 2386—2006；
- GB/T 13753—1992。

## 染料及染料中间体 水分的测定

### 1 范围

本标准规定了染料及染料中间体水分的测定方法。

本标准适用于各类染料、染料中间体水分的测定,其中卡尔·费休法及卡尔·费休改良法适用于染料及染料中间体中微量水分的测定,但不适用于能与卡尔·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样品中水分的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB/T 2374—2007 染料 染色测定的一般条件规定

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

### 3 试验方法

#### 3.1 溶剂抽提法

##### 3.1.1 试剂

试剂应符合如下要求:

- a) 甲苯:化学纯。
- b) 二甲苯:化学纯。

##### 3.1.2 仪器和设备

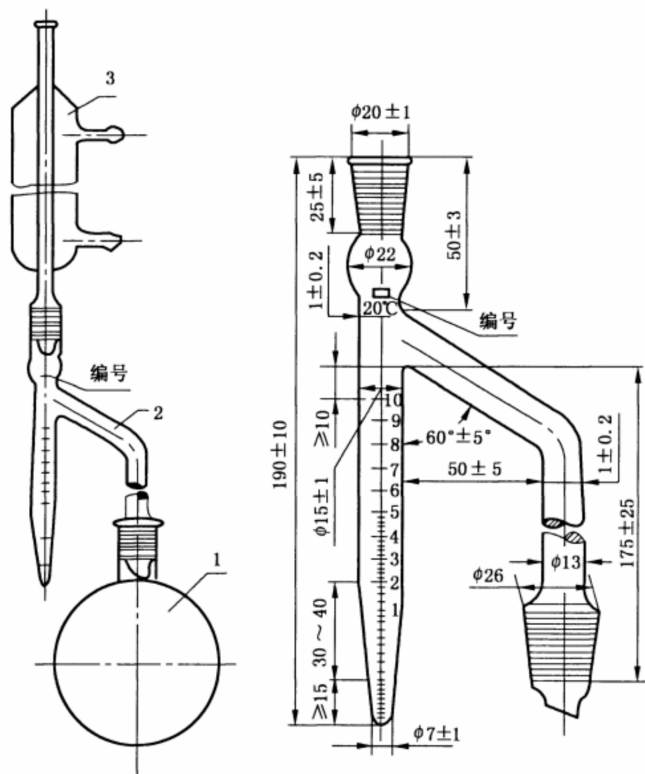
所用设备应符合 GB/T 2374—2007 中第 4 章的规定,设备包括:

- a) 架盘天平:感量不大于 0.1 g。
- b) 水分测定器,结构见图 1。

##### 3.1.3 测定步骤

在清洁、干燥的水分测定器的蒸馏瓶中放入被测试染料样品 20 g~50 g(精确至 0.1 g),加入 100 mL~125 mL 用水饱和过的甲苯或二甲苯,将蒸馏瓶与刻度帽及冷凝器连接后,置于加热浴中加热,使甲苯或二甲苯沸腾回流,控制回流速度,使冷凝液以每秒钟 2~5 滴的速度从冷凝管末端滴下。当刻度帽中水的体积不再增加、上层溶液变为透明时,则停止加热,冷却 30 min,从刻度帽中读出水体积;若上层溶液呈现浑浊,则将接受管放入温水中,使其澄清,然后冷却到室温读数;若冷凝管内壁沾有水滴,可加大火焰或增加电压,加热数分钟,把水滴冲进接受器,然后冷却到室温读数。仍无效,就用金属丝或细玻璃棒带有橡皮或塑料头的一端,把冷凝器内壁的水滴刮入接受器中,然后冷却到室温读数。

另做一平行空白试验:在清洁、干燥的蒸馏瓶中加入 100 mL~125 mL 用水饱和过的甲苯或二甲苯,另用移液管加入 0.50 mL 蒸馏水,以下操作与试样处理相同,最后从刻度帽中读出水体积。



说明：  
1——蒸馏瓶；  
2——接受器；  
3——冷凝管。

图 1 水分测定器的结构图

3.1.4 结果计算

水分含量  $w$  以质量分数计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{V - (V_1 - V_0)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w$  ——水分的质量分数,%;
- $V_0$  ——空白试验时另加的蒸馏水体积,单位为毫升(mL);
- $V_1$  ——空白试验时蒸出水的体积,单位为毫升(mL);
- $V$  ——测试样时蒸出水的体积,单位为毫升(mL);
- $m$  ——试样质量,单位为克(g)。

注:水在室温的相对密度数值可以视为1,因此用水的毫升数作为水的克数。  
计算结果按 GB/T 8170—2008 中第3章的规定,修约到小数点后一位。

3.2 烘干法

3.2.1 恒量法(仲裁检验方法)

3.2.1.1 仪器和设备

所用设备应符合 GB/T 2374—2007 中第4章的规定,设备包括:



- a) 称量瓶；
- b) 分析天平：感量不大于 0.000 1 g；
- c) 烘箱：灵敏度能控制在±2 ℃，装有温控装置；
- d) 干燥器：内盛适当的干燥剂。

3.2.1.2 测定步骤

3.2.1.2.1 确定试样量

根据被测试样的水分含量来确定试样的质量(g)，见表 1。

表 1 推荐使用水分含量和试样量对应关系

水分含量(质量分数) %	试样量 g
0.01~0.1	≥10
0.1~1.0	10~5
1.0~10	5~1
>10	1

3.2.1.2.2 确定烘干温度

除另有规定外，试样的烘干温度一般规定为 100 ℃~105 ℃。特殊产品，烘干温度可根据产品性质，在相应产品标准中另行规定。

3.2.1.2.3 测定

用已恒量的扁形称量瓶(干燥方法同试样，恒量误差±0.000 4 g)称取试样适量(精确至 0.000 2 g)，置于烘箱中，于 100 ℃~105 ℃或根据试样的性质于相应产品标准中所规定温度下烘至恒量(恒量误差±0.000 4 g)。

3.2.1.3 结果计算

水分含量  $w$  以质量分数计，数值用 % 表示，按式(2)计算：

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $w$  ——水分的质量分数，%；
- $m_2$  ——干燥前称量瓶连同试样的质量，单位为克(g)；
- $m_1$  ——干燥后称量瓶连同试样的质量，单位为克(g)；
- $m$  ——试样质量，单位为克(g)。

计算结果按 GB/T 8170—2008 中第 3 章的规定，修约到小数点后一位。

3.2.2 快速法

3.2.2.1 仪器和设备

所用设备应符合 GB/T 2374—2007 中第 4 章的规定，设备包括：

- a) 称量瓶;
- b) 分析天平:感量不大于 0.000 1 g;
- c) 烘箱:灵敏度能控制在 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,装有温控装置;
- d) 干燥器:内盛适当的干燥剂。

### 3.2.2.2 测定步骤

称量瓶在  $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱中烘干 2 h,在干燥器中冷却 30 min 后称取称量瓶质量  $m_1$ 。然后,把 1 g~5 g 染料试样加入到称量瓶中,再称取称量瓶和试样的总质量  $m_2$ 。然后把称量瓶放置于  $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱中烘干 2 h。在干燥器中冷却 30 min 后称取干燥后称量瓶和试样的总质量  $m_3$ 。所有称量应精确到 0.000 1 g。

### 3.2.2.3 结果计算

水分含量  $w$  以质量分数计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $w$  ——水分的质量分数,%;
- $m_2$  ——干燥前称量瓶连同试样的质量,单位为克(g);
- $m_3$  ——干燥后称量瓶连同试样的质量,单位为克(g);
- $m_1$  ——称量瓶质量,单位为克(g)。

计算结果按 GB/T 8170—2008 中第 3 章的规定,修约到小数点后一位。

## 3.3 真空干燥法

### 3.3.1 试剂和材料

浓硫酸(或灼烧过的氯化钙)。

### 3.3.2 仪器

所用设备应符合 GB/T 2374—2007 中第 4 章的规定,设备包括:

- a) 称量瓶;
- b) 分析天平:感量不大于 0.000 1 g;
- c) 真空干燥器。

### 3.3.3 测定步骤

用已恒量的扁形称量瓶(干燥方法同试样,恒量误差 $\pm 0.000\ 4\text{ g}$ )称取磨细的试样约 5 g~10 g(精确至 0.000 2),置于放浓硫酸(或灼烧过的氯化钙)的真空干燥器中,抽真空干燥至恒量(恒量误差 $\pm 0.000\ 4\text{ g}$ 、真空度为  $9.33\times 10^4\text{ Pa}\sim 9.46\times 10^4\text{ Pa}$ )。

### 3.3.4 结果计算

水分含量  $w$  以质量分数计,数值用%表示,按式(4)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $w$  ——水分的质量分数,%;

$m_2$  ——干燥前称量瓶连同试样的质量,单位为克(g);

$m_1$  ——干燥后称量瓶连同试样的质量,单位为克(g);

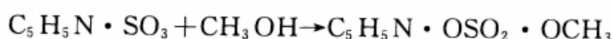
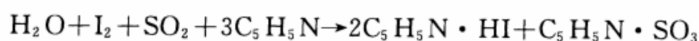
$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果按 GB/T 8170—2008 中第 3 章的规定,修约到小数点后一位。

### 3.4 卡尔·费休法及卡尔·费休改良法

#### 3.4.1 原理

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



以合适的溶剂溶解样品,用已知滴定度的卡尔·费休试剂滴定,即可测出样品中的水分。

卡尔·费休试剂可购买,如 KFR-06 无吡啶卡尔·费休试剂,也可按 3.4 制备。

#### 3.4.2 试剂与材料

##### 3.4.2.1 甲醇

分析纯。

##### 3.4.2.2 乙二醇甲醚

分析纯,500 mL 乙二醇甲醚中加入约 50 g 分子筛,塞上瓶塞,放置过夜,吸取上层清液使用。

##### 3.4.2.3 吡啶

分析纯。

##### 3.4.2.4 三氯甲烷

分析纯。

##### 3.4.2.5 样品溶剂

样品溶剂应符合如下要求:

- a) 4 体积甲醇和 1 体积吡啶混合;
- b) 4 体积乙二醇甲醚和 1 体积吡啶混合;
- c) 1 体积甲醇和 3 体积三氯甲烷混合。

除以上几种混合溶剂外,还可根据具体样品选择适当的溶剂。

##### 3.4.2.6 卡尔·费休试剂

**3.4.2.6.1 二氧化硫处理:**用硫酸分解无水亚硫酸钠制取或使用钢瓶装二氧化硫,均需经干燥脱水处理。二氧化硫发生装置参见附录 A。

**3.4.2.6.2 卡尔·费休试剂的制备:**取 85 g 碘于干燥的 1 L 具塞棕色瓶中,加入 670 mL 甲醇,盖上瓶塞,摇荡至碘全部溶解,再加入 270 mL 吡啶混匀,缓慢通入上述二氧化硫约 65 g 于此溶液中(略有过量也无妨),通二氧化硫时应用冰水浴冷却,使溶液温度不超过 20 °C。试剂应放置暗处至少 24 h 后使用,应避免大气中湿气的影响。新配制的试剂滴定度为 3 mg/mL~4 mg/mL。若使用甲醇制备,滴定度需使用前标定、当日有效;若使用乙二醇甲醚制备,可按时标定。

### 3.4.2.7 卡尔·费休改良试剂(改良法用)

取 63 g 碘于干燥的 1 L 具塞棕色瓶中,加入 600 mL 甲醇,25 g 无水碘化钠(于 120 °C 烘箱中干燥 2 h)和 85 g 无水乙酸钠(在 120 °C 烘箱中干燥 2 h),盖上瓶塞,摇荡至碘及盐类全部溶解(甲液)。

通二氧化硫于用冰水浴冷却的甲醇中,使每升甲醇含有 256 g 二氧化硫(乙液),通二氧化硫时溶液温度不超过 20 °C。

加 90 mL 乙液(含 23 g 二氧化硫)或直接通 23 g 二氧化硫气体于甲液中,再用甲醇稀释至 1 L,置于暗处备用,应避免大气中湿度的影响。

新配置好的试剂滴定度为 3.5 mg/mL~4.5 mg/mL,需逐日标定。

### 3.4.2.8 干燥剂

干燥剂应符合如下要求:

- a) 5 Å 分子筛:  $\phi 3\text{ mm} \sim \phi 5\text{ mm}$  颗粒,在 500 °C 下活化 2 h 后,置干燥器中备用。
- b) 活性硅胶:用作填充干燥剂。
- c) 硅酮润滑脂:润滑磨砂玻璃接头用。

### 3.4.3 仪器及装置

3.4.3.1 水分测定仪:测定装置参见附录 B,由以下各部件组成:

- a) 自动滴定管:分度值为 0.05 mL;
- b) 反应瓶;
- c) 铂电极;
- d) 电磁搅拌器;
- e) 微安计;
- f) 磨口棕色玻璃贮瓶;
- g) 终点电测装置:线路方框图参见附录 C。

安装前,玻璃器皿均应于 110 °C 下烘干。安装时应注意密封,凡与空气相通处均应接上硅胶干燥管;磨砂玻璃接头应涂上硅酮润滑脂。

3.4.3.2 微量注射器:10  $\mu\text{L}$ 。

### 3.4.4 测定步骤

#### 3.4.4.1 终点的确定

本标准规定用直接电量法确定终点,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,两铂电极间无电流通过。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约 1 min,此时即为终点。

#### 3.4.4.2 卡尔·费休试剂及卡尔·费休改良试剂滴定度的标定

用微量注射器吸取 5  $\mu\text{L}$  水,称取其质量(精确至 0.000 2 g),重复两次,取算术平均值作为 5  $\mu\text{L}$  水的质量。

加 20 mL 甲醇于反应瓶中,使电极浸入甲醇,盖上瓶塞,开动电磁搅拌器,用卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂滴定甲醇中水分至电流表指针产生较大偏转并保持约 1 min 不变为空白滴定终点,不记录耗用试剂的体积。

用微量注射器注入 5  $\mu\text{L}$  水于反应瓶中,用卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂滴定至电流表指

针偏转停留在空白滴定时相同的位置并保持 1 min 不变为终点,记录耗用试剂的体积。

试剂滴定度按式(5)计算:

$$T = \frac{m_1}{V_1} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$T$  ——卡尔·费休试剂(或卡尔·费休改良试剂)的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_1$  ——水的质量,单位为毫克(mg);

$V_1$  ——滴定耗用的卡尔·费休试剂(或卡尔·费休改良试剂)体积,单位为毫升(mL)。

### 3.4.5 样品中水分的测定

在反应瓶中,加一定体积(浸没电极)的样品溶剂,在搅拌下用卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂滴定至电流表指针产生较大偏转并保持 1 min 不变为空白滴定终点。液体试样用吸量管定量吸取试样迅速加入反应瓶中;固体试样用玻璃称样管称取试样(精确至 0.001 g)迅速加入反应瓶中,盖上瓶塞,用卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂滴定至电流表指针偏转停留在空白滴定时相同的位置并保持 1 min 不变为终点,记录耗用试剂的体积。

样品中水分  $w$  以质量分数计,数值用%表示,按式(6)或式(7)计算:

$$w = \frac{TV_2}{1\,000m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

或

$$w = \frac{TV_2}{1\,000\rho V_3} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$w$  ——试样中水分的质量分数,%;

$T$  ——卡尔·费休试剂(或卡尔·费休改良试剂)的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_2$  ——固体试样的质量,单位为克(g);

$V_2$  ——滴定耗用的卡尔·费休试剂(或卡尔·费休改良试剂)体积,单位为毫升(mL);

$V_3$  ——液体试样的体积,单位为毫升(mL);

$\rho$  ——液体试样的相对密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)。

计算结果按 GB/T 8170—2008 中第 3 章的规定,修约到小数点后两位。

## 4 试验报告

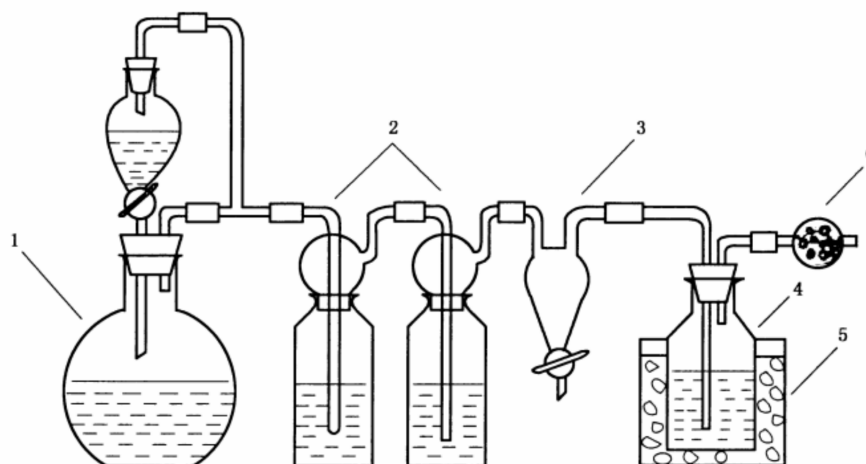
试验报告包括以下内容:

- a) 被测样品的名称;
- b) 本标准编号;
- c) 使用仪器的名称、型号;
- d) 试验方法;
- e) 测试结果;
- f) 在测试过程中的特殊情况;
- g) 与本方法的差异;
- h) 试验日期。

附录 A  
(资料性附录)

卡尔·费休试剂(或改良试剂)配制装置

卡尔·费休试剂(或改良试剂)配制装置见图 A.1。



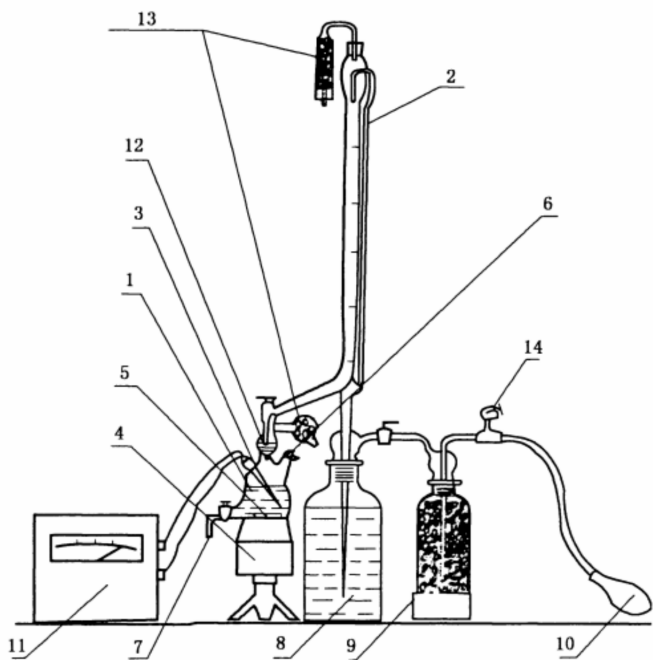
说明：

- 1——二氧化硫气体发生器；
- 2——浓硫酸洗瓶；
- 3——分离器；
- 4——盛有碘、甲醇等溶液的吸收瓶；
- 5——冰水浴；
- 6——干燥管。

图 A.1 卡尔·费休试剂(或改良试剂)配制装置

附录 B  
(资料性附录)  
水分测定装置

水分测定装置见图 B.1。

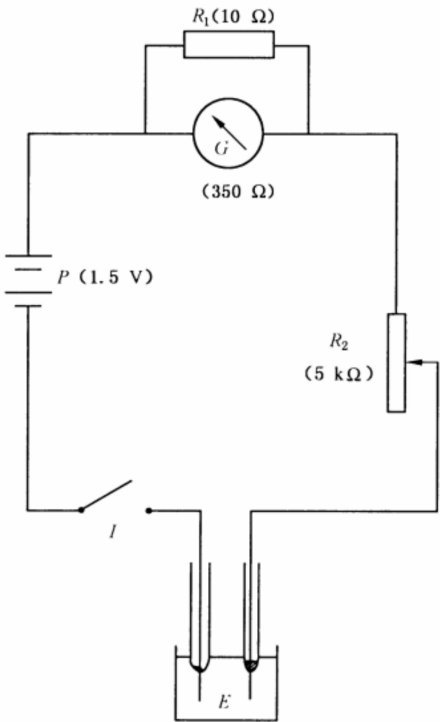


- 说明：
- 1 ——反应瓶；
  - 2 ——自动滴定管；
  - 3 ——铂电极；
  - 4 ——电磁搅拌器；
  - 5 ——搅拌子；
  - 6 ——进样口；
  - 7 ——废液排放口；
  - 8 ——试剂贮瓶；
  - 9 ——干燥瓶；
  - 10——压气球；
  - 11——终点电测装置；
  - 12——磨口接头；
  - 13——干燥管；
  - 14——螺旋夹。

图 B.1 水分测定装置

附 录 C  
(资料性附录)  
终点电测装置线路方框图

终点电测装置线路方框图见图 C.1。



说明：  
 $P$  —— 电磁；  
 $I$  —— 开关；  
 $E$  —— 铂电极；  
 $R_1$  —— 电阻；  
 $R_2$  —— 电阻；  
 $G$  —— 微安表。

图 C.1 终点电测装置线路方框图



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
染料及染料中间体 水分的测定  
GB/T 2386—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
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.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字  
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-50280 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 2386-2014

打印日期: 2014年12月25日 F009A

库七七 [www.kqgw.com](http://www.kqgw.com) 提供下载