

ICS 83. 180
G 39
备案号：56419—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5054—2016

胶粘制品用水性丙烯酸酯压敏胶粘剂

Pressure sensitive adhesive of water-based acrylic in adhesive products

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会（SAC/TC185）归口。

本标准起草单位：浙江艾迪雅科技股份有限公司、开平市齐裕胶粘制品科技有限公司、上海橡胶制品研究所有限公司、巴斯夫（中国）有限公司、宁波大榭开发区综研化学有限公司、宁波胶粘剂及制品行业协会、浙江永和胶粘制品股份有限公司。

本标准主要起草人：徐和平、曹灿、罗吉尔、张建庆、张韬、胡守杨、宋磁民。

胶粘制品用水性丙烯酸酯压敏胶粘剂

1 范围

本标准规定了胶粘制品用水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的分类，要求，试验条件，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于胶粘制品用水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的生产、管理和检测等。

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 2792 胶粘带剥离强度的试验方法

GB/T 2794 胶粘剂粘度的测定 单圆筒旋转粘度计法

GB/T 4851—2014 胶粘带持粘性的试验方法

GB/T 4852—2002 压敏胶粘带初粘性试验方法（滚球法）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11175 合成树脂乳液试验方法

GB/T 13354 液态胶粘剂密度测定方法 重量杯法

GB/T 14518 胶粘剂的 pH 值测定

GB/T 20740 胶粘剂取样

GB/T 22396 压敏胶粘制品术语

GB/T 26125 电子电气产品 六种限用物质（铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯和多溴二苯醚）的测定

GB 30982—2014 建筑胶粘剂有害物质限量

GB/T 31125 胶粘带初粘性试验方法 环形法

HG/T 2406 通用型压敏胶标签

HG/T 3075 胶粘剂产品包装、标志、运输和贮存的规定

3 术语和定义

GB/T 22396 界定的术语和定义适用于本文件。

4 分类

根据应用领域不同，主要分为包装、保护、标签三大类。

HG/T 5054—2016

5 要求

5.1 外观

乳白色，均匀无分层，无凝胶，无杂质。

5.2 水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的性能

水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的性能应符合表 1 的规定。

表 1 水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的性能

项 目	指 标 ^a		
用途	包装	保护	标签
pH 值	6.5~9.0	6.5~8.5	6.5~9.0
黏度/(mPa·s)	50~150	30~200	300~3 000(纸类)；200~800(膜类)
不挥发物含量/%	标称值±2		
残存单体/%	≤0.05	≤0.02	≤0.05
稀释稳定性/%	U ^b ≤1.0 P ^c ≤3.0		
机械稳定性/%	≤3.0		
冻融稳定性	≥1		
^a 供需双方可另外协定。 ^b 上层清液容积比。 ^c 沉降部分容积比。			

5.3 水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的应用性能

水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的应用性能应符合表 2 的规定。

表 2 水性丙烯酸酯压敏胶粘剂的应用性能

项 目	指 标 ^a		
用途	包装	保护	标签
180°剥离强度/(N/24 mm)	≥5	0.02~10	≥10(纸类)；≥6(膜类)
持粘性(24 mm×24 mm·1 kg 砝码)/h	≥24		≥5
初粘性(斜坡法)/cm	≤5		
初粘性(环形法)/(N/24 mm)		≥0.02	≥4
^a 供需双方可另外协定。			

5.4 水性丙烯酸酯压敏胶粘剂中有害物质限量要求

水性丙烯酸酯压敏胶粘剂中有害物质限量要求见表 3。

表 3 水性丙烯酸酯压敏胶粘剂中有害物质限量要求

项 目		指 标
挥发性 有机化合物	苯/(g/kg)	≤ 0.2
	甲苯/(g/kg)	≤ 1.0
	二甲苯/(g/kg)	≤ 1.0
	游离甲醛/(g/kg)	≤ 0.5
	总挥发性有机物/(g/L)	≤ 100
RoHS 指令	铅(Pb)/(g/kg)	≤ 1
	汞(Hg)/(g/kg)	≤ 1
	6 价铬(Cr ⁺⁶)/(g/kg)	≤ 1
	镉(Cd)/(g/kg)	≤ 0.1
	PBB(多溴联苯)/(g/kg)	≤ 1
	PBDE(多溴二苯醚)/(g/kg)	≤ 1

6 试验条件

6.1 实验室条件

实验室的温度为 23℃±1℃，相对湿度为 50%±5%。

6.2 样品的状态调节

样品在进行测试前，一般停放时间为 24 h 以上。

6.3 试样结果的数值整理

按 GB/T 8170 进行处理。

7 试验方法

7.1 取样

按 GB/T 20740 规定的方法执行。

7.2 外观

将样品倒入干净、干燥、透明的玻璃杯中，在正常光线下目视检验。

7.3 性能试验

7.3.1 pH 值

按 GB/T 14518 规定的方法检测。

7.3.2 黏度

按 GB/T 2794 规定的方法检测。

HG/T 5054—2016

7.3.3 不挥发物含量

按 GB/T 11175 规定的方法检测。

7.3.4 残存单体

按 GB/T 11175 规定的方法检测。

7.3.5 稀释稳定性

按 GB/T 11175 规定的方法检测。

7.3.6 机械稳定性

按 GB/T 11175 规定的方法检测。

7.3.7 冻融稳定性

按 GB/T 11175 规定的方法检测。

7.4 应用性能

7.4.1 试验粘接材料

双向拉伸聚丙烯 (BOPP) 薄膜: 厚 $25\ \mu\text{m}$, 涂胶面电晕处理, 表面张力大于 $38\ \text{mN/m}$ 。

低密度高压聚乙烯 (PE) 薄膜: 厚 $40\ \mu\text{m}$, 涂胶面电晕处理, 表面张力大于 $38\ \text{mN/m}$ 。

7.4.2 试样制备

7.4.2.1 用于包装领域的试样制备

取 $20\ \text{cm} \times 30\ \text{cm}$ 厚度为 $25\ \mu\text{m}$ 的 BOPP 薄膜, 确认电晕面朝上, 放在水平面板上, 在 BOPP 薄膜一端放置适量水性压敏胶水, 将 $50\ \mu\text{m}$ 线棒 (或其他能够达到同样涂布精度的涂膜器) 放在胶水的上端, 匀速拉动线棒, 将胶水均匀地涂布在 BOPP 薄膜上, 然后将其烘干至薄膜完全透明 (烘干温度为 $105\ ^\circ\text{C}$, 时间为 $3\ \text{min} \sim 5\ \text{min}$), 制成试样。也可采用其他涂膜器, 保证试样符合要求。

将试样取出, 冷却到室温, 保持胶层厚度为 $22\ \mu\text{m} \pm 2\ \mu\text{m}$, 否则需要重新制备。

将制备好的试样在温度 $23\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $50\ \% \pm 5\ \%$ 的实验室环境内放置 $24\ \text{h}$, 再进行应用性能测试。

7.4.2.2 用于保护领域的试样制备

取 $20\ \text{cm} \times 30\ \text{cm}$ 厚度为 $40\ \mu\text{m}$ 的 PE 薄膜, 确认电晕面朝上, 放在水平面板上, 在 PE 薄膜一端放置适量经过调配的水性压敏胶水, 将 $20\ \mu\text{m}$ 线棒放在胶水的上端, 匀速拉动线棒, 将胶水均匀地涂布在 PE 薄膜上, 然后将其烘干至薄膜完全透明 (烘干温度为 $105\ ^\circ\text{C}$, 时间为 $3\ \text{min} \sim 5\ \text{min}$), 制成试样。也可采用其他涂膜器, 保证试样符合要求。

将试样取出, 冷却到室温, 检测其厚度, 总厚应为 $50\ \mu\text{m} \pm 2\ \mu\text{m}$ (即胶层厚 $10\ \mu\text{m} \pm 2\ \mu\text{m}$), 否则需要重新制备。

将制备好的试样在温度 $23\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $50\ \% \pm 5\ \%$ 的实验室环境内放置 $24\ \text{h}$, 再进行应用性能测试。

7.4.2.3 用于标签领域的试样制备

按 HG/2406 规定的方法进行试样制备。

7.4.3 剥离强度

按 GB/T 2792 规定的方法检测。

7.4.4 持粘性

按 GB/T 4851—2014 规定的方法 A 进行检测，试样尺寸为 24 mm×24 mm。

7.4.5 初粘性

包装用胶按 GB/T 4852—2002 规定的方法 B 进行检测。

保护用胶和标签用胶按 GB/T 31125 规定的方法检测。

7.4.6 苯、甲苯、二甲苯

按 GB 30982—2014 附录 B 规定的方法检测。

7.4.7 游离甲醛

按 GB 30982—2014 附录 A 规定的方法检测。

7.4.8 总挥发性有机物

按附录 A 规定的方法检测，其中水分的测定按附录 B 的规定进行。

7.4.9 6 种有害物质（铅、汞、镉、6 价铬、多溴联苯和多溴二苯醚）

按 GB/T 26125 规定的方法检测。

8 检验规则

8.1 组批与取样

以每釜产品为一批，在同一批产品中随机按 GB/T 20740 规定的要求抽样 3 份样品，每份不少于 500 g，盛于干燥、洁净、带盖的试剂瓶中，瓶上贴标签，注明产品名称、批号、取样日期等。

8.2 出厂检验

出厂检验项目包括：外观、不挥发物含量、pH 值。

8.3 型式检验

本标准所列的全部技术要求均为型式检验项目。在正常生产情况下，每年至少进行一次型式检验。生产配方、工艺及原材料有较大改变时或停产 3 个月后又恢复生产时应进行型式检验。

9 标志、包装、运输和贮存

按 HG/T 3075 的规定执行。

附 录 A
(规范性附录)
挥发性有机化合物含量的测定

A.1 概述

本方法规定了水性丙烯酸酯压敏胶粘剂挥发性有机化合物含量的测定方法。

A.2 原理

胶粘剂样品经稀释后，通过气相色谱分析技术使样品中各种挥发性有机化合物分离，定性鉴定被测挥发性有机化合物后，用内标法测定其含量。

A.3 材料和试剂

A.3.1 载气：氮气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。

A.3.2 燃气：氢气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。

A.3.3 助燃气：空气。

A.3.4 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的氮气。

A.3.5 内标物：试样中不存在的化合物，而且该化合物能够与色谱图上其他成分完全分离，纯度至少为 99 %（质量分数）或已知纯度。例如异丁醇、乙二醇单甲醚、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、正十一烷、正十四烷等。

A.3.6 校准化合物：正己烷、庚烷、环己烷、环己酮、环己醇、乙酸戊酯、乙酸丁酯、苯、甲苯、乙苯、二甲苯、三乙胺、二甲基乙醇胺、2-氨基-2-甲基-1-丙醇等，纯度至少为 99 %（质量分数）或已知纯度。

A.3.7 稀释溶剂：用于稀释试样的有机溶剂，不含有任何干扰测试的物质，纯度至少为 99 %（质量分数）或已知纯度。例如乙腈、甲醇、四氢呋喃、乙酸乙酯等溶剂。

A.4 仪器和设备

气相色谱仪。配置如下：

- 分流装置的进样口，并且汽化室内衬可更换。
- 程序升温控制器。
- 检测器，可以使用下列 3 种检测器中的任意一种：
 - a) 火焰离子化检测器（FID）；
 - b) 已校准并调谐的质谱仪或其他质量选择检测器；
 - c) 已校准的傅里叶变换红外光谱仪（FT-IR）。

注：如果选用 b) 检测器或 c) 检测器对分离出的组分进行定性鉴定，仪器应与气相色谱仪相连并根据仪器制造商的相关说明进行操作。

- 色谱柱：应能使被测物完全分离，如聚二甲基硅氧烷毛细管柱、6 % 腈丙苯基/94 % 聚二甲基硅氧烷毛细管柱、聚乙二醇毛细管柱或相当型号。

- 进样器：微量注射器，10 μL 。容量应为进样量的 2 倍。
- 试样瓶：约 20 mL 的玻璃瓶，具有可密封的瓶盖。
- 分析天平：感量 0.1 mg。

A.5 气相色谱测试条件

A.5.1 色谱条件 1

色谱柱（基本柱）：6 %腈丙苯基/94 %聚二甲基硅氧烷毛细管柱，60 m \times 0.32 mm \times 1.0 μm ；
进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；
检测器：FID，温度 260 $^{\circ}\text{C}$ ；
柱温：程序升温，80 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min，然后以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 230 $^{\circ}\text{C}$ 保持 15 min；
分流比：分流进样，分流比可调；
进样量：1.0 μL 。

A.5.2 色谱条件 2

色谱柱（确认柱）：聚乙二醇毛细管柱，30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm ；
进样口温度：240 $^{\circ}\text{C}$ ；
检测器：FID，温度 250 $^{\circ}\text{C}$ ；
柱温：程序升温，60 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min，然后以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 240 $^{\circ}\text{C}$ 保持 20 min；
分流比：分流进样，分流比可调；
进样量：1.0 μL 。

A.6 试验步骤

A.6.1 通则

所有试验进行两次平行测定。

A.6.2 密度的测定

按 GB/T 13354 规定的方法进行。

A.6.3 水分含量的测定

按附录 B 规定的要求进行测定。

A.6.4 色谱仪参数优化

按 A.5 气相色谱测试条件，每次使用已知的校准化合物对其进行最优化处理，使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

A.6.5 定性分析

定性鉴定试样中有无 A.3.6 中的校准化合物。

优先选用 GC-MS 或 GC-(FT-IR)，按给出的气相色谱测试条件测定；也可利用 GC-FID 和 A.4 规定的色谱柱，并使用 A.5 给出的气相色谱测试条件，分别记录校准化合物在两根色谱柱（所选择的两根色谱柱的极性差别应尽可能大，例如 6 %腈丙苯基/94 %聚二甲基硅氧烷毛细管柱或聚乙二醇

HG/T 5054—2016

毛细管柱)上的色谱图。在相同的色谱测试条件下,对被测试样做出色谱图后对比定性。

A.6.6 校准

分别称取一定量(精确至0.1 mg)鉴定出的各种校准化合物于试样瓶中,称取质量与待测试样中各自的含量在同一数量级。再称取与待测化合物相同数量级的内标物于同一试样瓶中,用稀释溶剂稀释混合物。密封试样瓶,摇匀。

A.6.7 相对校正因子的测定

在与测试试样相同的色谱测试条件下,优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中,记录色谱图。按公式(A.1)分别计算每种化合物的相对校正因子:

$$R_i = \frac{m_i A_{is}}{m_{is} A_i} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

R_i ——化合物*i*的相对校正因子;

m_i ——校准混合物中化合物*i*的质量的数值,单位为克(g);

m_{is} ——校准混合物中内标物的质量的数值,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积;

A_i ——化合物*i*的峰面积。

R_i 值取两次测试结果的平均值,测定结果保留3位有效数字。

若出现校准化合物之外的未知化合物色谱峰,则假设其相对于异丁醇的校正因子为1.0。

A.6.8 试样的测试

A.6.8.1 称取1 g(精确至0.1 mg)搅拌均匀后的试样以及与被测物相同数量级的内标物于试样瓶中,加入10 mL稀释溶剂稀释试样,密封试样瓶,摇匀。

A.6.8.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

A.6.8.3 将1.0 μL试样溶液注入气相色谱仪中,记录色谱图,然后按公式(A.2)分别计算试样中所含各种化合物的质量分数。

$$w_i = \frac{m_{is} A_i R_i}{m_s A_{is}} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

w_i ——试样中被测化合物*i*的质量分数的数值,单位为克每克(g/g);

R_i ——被测化合物*i*的相对校正因子;

m_{is} ——内标物的质量的数值,单位为克(g);

m_s ——试样的质量的数值,单位为克(g);

A_i ——被测化合物*i*的峰面积;

A_{is} ——内标物的峰面积。

平行测试两次, w_i 值取两次测试结果的平均值。

A.7 水基型胶粘剂 VOC 含量

A.7.1 水基型胶粘剂挥发性有机化合物(VOC)含量(扣水),按公式(A.3)计算:

$$\rho(\text{VOC}) = \frac{\sum_{i=1}^n w_i}{1 - \rho_s(w_{\text{H}_2\text{O}}/\rho_{\text{H}_2\text{O}})} \times \rho_s \times 1\,000 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$\rho(\text{VOC})$ ——水基型胶粘剂 VOC 含量的数值，单位为克每升 (g/L)；

w_i ——试样中被测化合物 i 的质量分数的数值，单位为克每克 (g/g)；

$w_{\text{H}_2\text{O}}$ ——试样中水的质量分数的数值，单位为克每克 (g/g)；

ρ_s ——试样的密度的数值，单位为克每毫升 (g/mL)；

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ ——水的密度的数值，单位为克每毫升 (g/mL)；

1 000——转换因子。

测试方法检出限：2 g/L。

附 录 B
(规范性附录)
水分含量的测定

B.1 概述

本标准中的胶粘剂水分含量采用气相色谱法或卡尔·费休法进行测定，气相色谱法为仲裁方法。

B.2 气相色谱法**B.2.1 试剂和材料**

- B.2.1.1** 蒸馏水：符合 GB/T 6682 中三级水的要求。
B.2.1.2 稀释溶剂：无水 *N,N*-二甲基甲酰胺（DMF），分析纯。
B.2.1.3 内标物：无水异丙醇，分析纯。
B.2.1.4 载气：氢气或氮气，纯度不小于 99.995 %。

B.2.2 仪器

- B.2.2.1** 气相色谱仪：配有热导检测器及程序升温控制器。
B.2.2.2 色谱柱：柱长 1 m，外径 3.2 mm，填充 177 μm ~250 μm 的高分子多孔微球的不锈钢柱。（对于程序升温，柱温的初始温度 80 $^{\circ}\text{C}$ ，保持时间 5 min，升温速率 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，终止温度 170 $^{\circ}\text{C}$ ，保持时间 5 min。对于恒温，柱温为 140 $^{\circ}\text{C}$ ，等异丙醇出峰完全后，把柱温调到 170 $^{\circ}\text{C}$ ，让 DMF 峰出完。若继续测试，再把柱温降到 140 $^{\circ}\text{C}$ 。）
B.2.2.3 记录仪。
B.2.2.4 进样器：微量注射器，10 μL 。
B.2.2.5 具塞玻璃瓶：10 mL。
B.2.2.6 天平：精度 0.1 mg。

B.2.3 试验步骤**B.2.3.1 测定水的响应因子 *R***

在同一具塞玻璃瓶中称取 0.2 g 左右的蒸馏水和 0.2 g 左右的异丙醇（精确至 0.1 mg），加入 2 mL *N,N*-二甲基甲酰胺，混匀。用微量注射器取 1 μL 标准混样，注入色谱仪，记录其色谱图。

按公式 (B.1) 计算水的响应因子 *R*：

$$R = \frac{W_i A_{\text{H}_2\text{O}}}{W_{\text{H}_2\text{O}} A_i} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

R——水的响应因子；

W_i——异丙醇的质量的数值，单位为克（g）；

W_{H₂O}——水的质量的数值，单位为克（g）；

A_{H₂O}——水的峰面积；

A_i——异丙醇的峰面积。

若异丙醇和二甲基甲酰胺不是无水试剂，则以同样量的异丙醇和二甲基甲酰胺（混合液）但不加水作为空白，记录空白的水的峰面积。

按公式（B.2）计算水的响应因子 R ：

$$R = \frac{W_i(A_{H_2O} - B)}{W_{H_2O}A_i} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

R ——水的响应因子；

W_i ——异丙醇的质量的数值，单位为克（g）；

W_{H_2O} ——水的质量的数值，单位为克（g）；

A_{H_2O} ——水的峰面积；

A_i ——异丙醇的峰面积；

B ——空白中水的峰面积。

B.2.3.2 水分测定

称取 0.6 g 搅拌均匀后的试样和 0.2 g 异丙醇（精确至 0.1 mg），加入到具塞玻璃瓶中，再加入 2 mL N,N -二甲基甲酰胺，盖上瓶塞，同时准备一个不加试样的异丙醇和 N,N -二甲基甲酰胺作为空白样。用力摇动装有试样的小瓶 15 min，放置 5 min 使其沉淀，也可使用低速离心机使其沉淀。吸取 1 μ L 试样瓶中的上清液，注入色谱仪中，记录其色谱图。

按公式（B.3）计算试样中水的质量分数 $W_{\text{水}}$ ：

$$W_{\text{水}} = \frac{100 \times (A_{H_2O} - B)W_i}{A_iW_pR} \dots\dots\dots (B.3)$$

式中：

$W_{\text{水}}$ ——试样中水的质量分数；

A_{H_2O} ——水的峰面积；

A_i ——异丙醇的峰面积；

B ——空白中水的峰面积；

W_i ——异丙醇的质量的数值，单位为克（g）；

W_p ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

R ——响应因子。

平行测定两次，保留 3 位有效数字。

B.3 卡尔·费休法

B.3.1 仪器设备

B.3.1.1 卡尔·费休水分测定仪。

B.3.1.2 天平：感量 0.1 mg。

B.3.1.3 微量注射器：10 μ L。

B.3.1.4 滴瓶：30 mL。

B.3.1.5 磁力搅拌器。

B.3.1.6 烧杯：100 mL。

B.3.1.7 培养皿。

B.3.2 试剂

B.3.2.1 蒸馏水：符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

B. 3.2.2 卡尔·费休试剂：选用合适的试剂（对于不含醛酮化合物的试样，试剂主要成分为碘、二氧化硫、甲醇、有机碱。对于含有醛酮化合物的试样，应使用醛酮专用试剂，试剂主要成分为碘、咪唑、二氧化硫、2-甲氧基乙醇、2-氯乙醇和三氯甲烷）。

B. 3.3 实验步骤

B. 3.3.1 卡尔·费休滴定剂浓度的标定

在滴定仪的滴定杯中加入新鲜的卡尔·费休溶剂至液面覆盖电极端头，以卡尔·费休滴定剂滴定至终点（漂移值 $<10\ \mu\text{g}/\text{min}$ ）。用微量注射器将 $10\ \mu\text{L}$ 蒸馏水注入滴定杯中，采用减量法称得水的质量（精确至 $0.1\ \text{mg}$ ），将该质量输入到滴定仪中，用卡尔·费休滴定剂滴定至终点，记录仪器显示的标定结果。

进行重复标定，直至相邻两次的标定值相差小于 $0.01\ \text{mg}/\text{mL}$ ，求出两次标定的平均值，将标定结果输入到滴定仪中。

当检测环境的相对湿度小于 $70\ \%$ 时，应每周标定一次；相对湿度大于 $70\ \%$ 时，应每周标定两次。必要时，随时标定。

B. 3.3.2 样品处理

若待测样品黏度较大，在卡尔·费休溶剂中不能很好地分散，则需要将样品进行适量稀释。在烧杯中称取 $20\ \text{g}$ （精确至 $1\ \text{mg}$ ）经搅拌均匀后的样品，向烧杯内加入约 $20\ \%$ 的蒸馏水，准确记录称样量及加水量。将烧杯盖上培养皿，在磁力搅拌器上搅拌 $10\ \text{min}\sim 15\ \text{min}$ 。将稀释样品倒入滴瓶中，备用。

对于在卡尔·费休溶剂中能很好地分散的样品，可直接测试样品中的水分含量。对于加水 $20\ \%$ 后在卡尔·费休溶剂中仍不能很好地分散的样品，可逐步增加稀释水量。

B. 3.3.3 水分含量的测试

在滴定仪的滴定杯中加入新鲜的卡尔·费休溶剂至液面覆盖电极端头，以卡尔·费休滴定剂滴定至终点。向滴定杯中加入1滴按B. 3.3.2处理后的样品，采用减量法称得加入的样品质量（精确至 $0.1\ \text{mg}$ ），将该样品质量输入到滴定仪中。用卡尔·费休滴定剂滴定至终点，记录仪器显示的测试结果。

平行测试两次，测试结果取平均值。两次测试结果的相对偏差小于 $3.5\ \%$ 。

测试3次~6次后应及时更换滴定杯中的卡尔·费休溶剂。

B. 3.3.4 数据处理

样品经稀释处理后测得的水分含量按公式（B. 4）计算：

$$w_w = \frac{w'_w(m_s + m_w) - m_w \times 100}{m_s} \dots\dots\dots (\text{B. 4})$$

式中：

w_w ——样品中实际水分含量的质量分数，以 $\%$ 表示；

w'_w ——测得的稀释样品的水分含量的质量分数的平均值，以 $\%$ 表示；

m_s ——稀释时所称样品的质量的数值，单位为克（g）；

m_w ——稀释时所加水的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果保留3位有效数字。