

卡尔费休容量法测定环丁砜及其溶液中水分的含量

周冲, 周雄晨

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 使用 T930 全自动水分测定仪测定环丁砜及其溶液的水分含量, 试验结果表明: T930 全自动水分测定仪测定环丁砜及其溶液中的水分含量, 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 环丁砜及其溶液;水分

环丁砜又名四氢噻吩-1, 1-二氧化物, 化学式 $C_4H_8O_2S$, 无色透明液体, 是一种优良的非质子极性溶剂, 可与水、丙酮、甲苯等互溶。也是石油化工上芳烃抽提工艺中的理想溶剂。环丁砜高温下易于分解。在 $220^{\circ}C$ 以下时, 分解速度比较慢, 但是超过 $220^{\circ}C$ 时候, 随着温度的升高, 其分解速度急剧上升, 过高的温度将促使环丁砜分解生成黑色的聚合物和二氧化硫, 有空气存在的时候, 由于空气的氧化作用, 溶剂系统中的二氧化硫的释放量要比没有空气存在的时候多

1 仪器与试剂

1.1 仪器

T930 全自动水分测定仪, 双铂电极, 5mL 滴定单元, 分析天平等

1.2 试剂

卡尔·费休滴定剂双组份。

2 样品测试

(1) 标定单组分卡尔·费休滴定剂;

(2) 在分析杯中加入 40 mL 卡尔·费休单组分溶剂, 进行预滴定, 仪器待机时, 进入下一步骤;

(3) 进样 (差量法):

微量进样器用样品润洗后, 吸取合适体积的样品加入至分析杯中, 开始测试。(后续测试最佳进样量如表一所示)

表 1 样品进样量及进样工具推荐

序号	样品编号	进样质量 g	进样工具	备注
1	环丁砜 1	0.6	500 μ L 微量进样器	
2	环丁砜 2	0.3	500 μ L 微量进样器	样品密度约为 1.26g/mL
3	环丁砜 3	0.06	100 μ L 微量进样器	

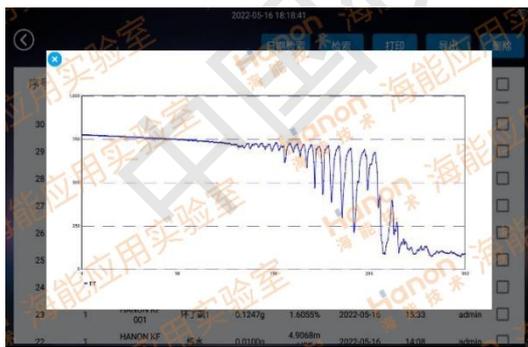
3 结果与讨论

3.1 实验结果

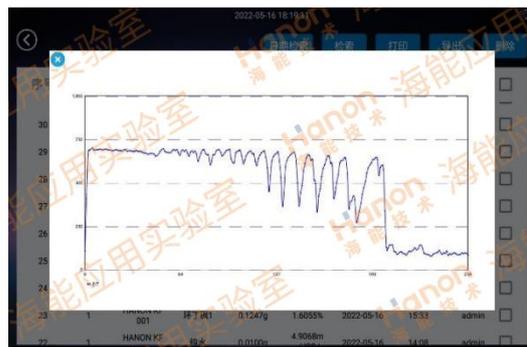
经过分析检测，3 个环丁砜及其溶液含量如下表：

样品名称	检测项目	序号	滴定剂浓度 (mg/mL)	进样质量	滴定剂消耗体	水分含量 (%)	平均值 (%)	重复性 (%)	检测方法
环丁砜 1		1		0.6338	1.845	1.4191	1.4166	0.2308	卡尔·费休容量法
		2		0.6254	1.819	1.4178			
		3		0.6359	1.843	1.4129			
环丁砜 2	水分	1	4.9068	0.6135	5.128	4.1014	4.1038	0.0507	卡尔·费休容量法
		2		0.6243	5.223	4.1051			
		3		0.6229	5.211	4.1049			
环丁砜 3		1		0.0577	2.429	20.6137	20.5848	0.1764	
		2		0.0578	2.426	20.5441			
		3		0.0582	2.449	20.5968			

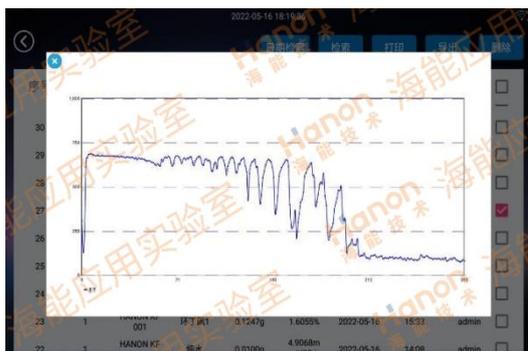
3.2 谱图



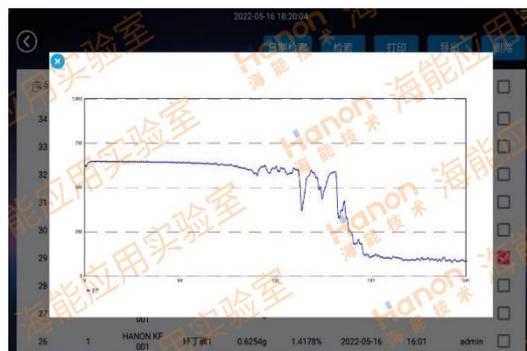
(1) 环丁砜 1



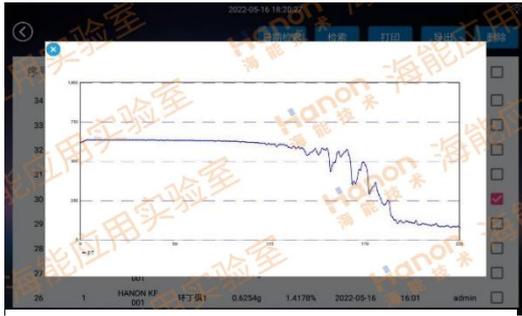
(2) 环丁砜 1



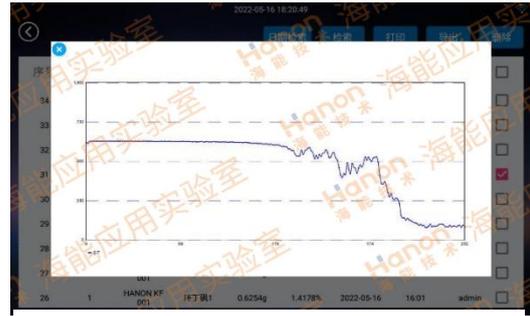
(3) 环丁砜 1



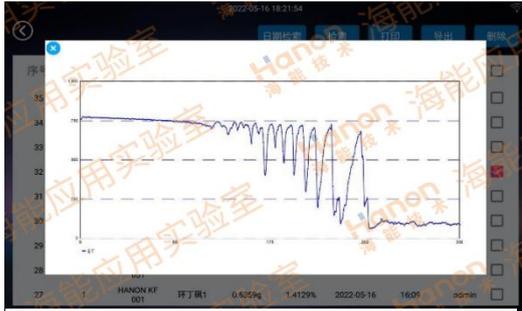
(4) 环丁砜 2



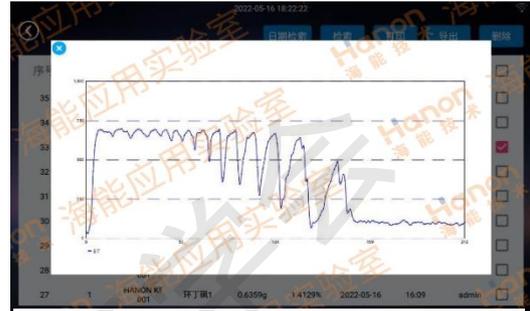
(5) 环丁砜 2



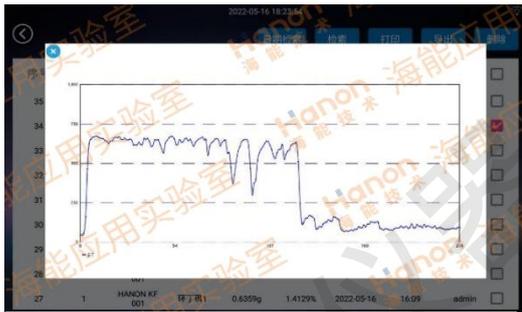
(6) 环丁砜 2



(7) 环丁砜 3



(8) 环丁砜 3



(9) 环丁砜 3

中国仪器仪表学会