

卡尔费休库伦法测定醋酸纤维丙酮浆液中水分的含量

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醋酸纤维丙酮浆液中的水分含量, 试验结果表明: T930 全自动水分测定仪测定醋酸纤维丙酮浆液中的水分含量, 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 醋酸纤维丙酮浆液; 水分

1 仪器与试剂

1.1 仪器

T930 全自动水分测定仪

1.2 试剂

费休试剂

2 实验方法

2.1 样品测试

1 标定卡尔·费休试剂 (醛酮专用)

2 丙酮水分含量测定:

(1) 在分析杯中加入 40~60 mL 卡尔·费休醛酮专用溶剂, 进行预滴定, 仪器待机时, 进入下一步骤;

(2) 差量法进样:

①用注射器吸取样品, 放在天平上称质量为 m_1 ;

②点击“系统进样”, 将其快速加入到分析杯中, 点击“开始滴定”按钮;

③将注射器放在天平上, 称质量为 m_2 ;

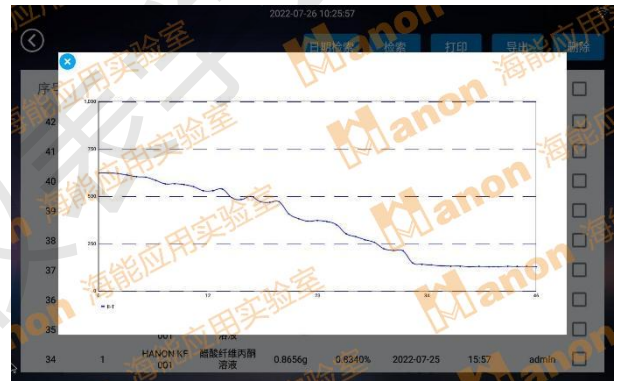
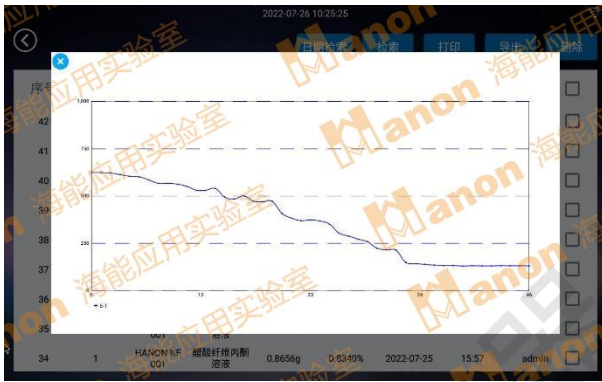
④待滴定完成后, 在弹出的结果界面, 输入质量 m , $m=m_1-m_2$ 。(进样体积约为 1 mL)

3 醋酸纤维浆液水分含量测定

(1) 称取 30 g 左右的溶剂 (丙酮);

(2) 称取 5 g 左右的醋酸纤维丙酮浆液;

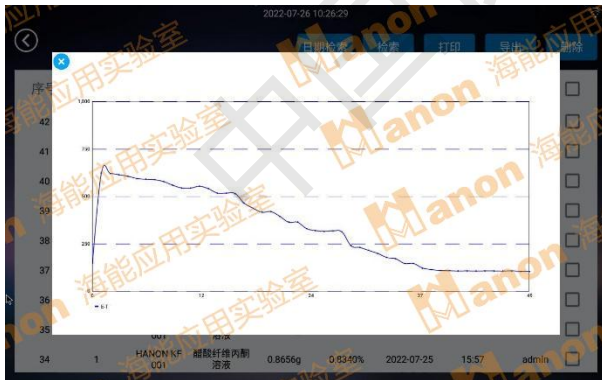
- (3) 放置密封的玻璃瓶中，用磁力搅拌器搅拌至完全溶解；
- (4) 在分析杯中加入 40~60 mL 卡尔·费休醛酮专用溶剂，进行预滴定，仪器待机时，进入下一步骤；
- (5) 差量法进样：
- ①用注射器吸取样品，放在天平上称质量为 m_1 ；
 - ②点击“系统进样”，将其快速加入到分析杯中，点击“开始滴定”按钮；
 - ③将注射器放在天平上，称质量为 m_2 ；
 - ④待滴定完成后，在弹出的结果界面，输入质量 m ， $m=m_1-m_2$ 。（进样体积约为 1 mL）
- (6) 带入公式，依据丙酮水分含量及醋酸纤维浆液与丙酮溶液的总水分含量，计算得出醋酸纤维浆液的水分含量；



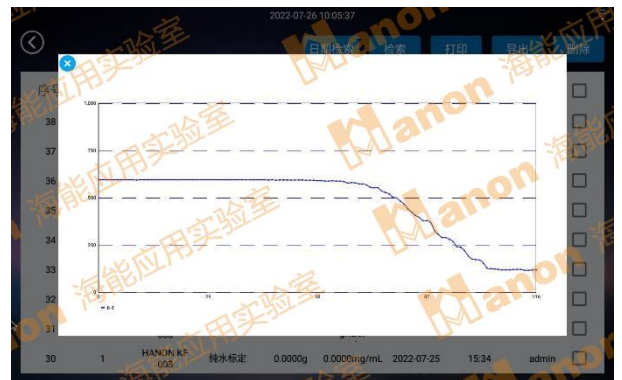
(7) 滴定图谱

(1) 溶剂（丙酮）

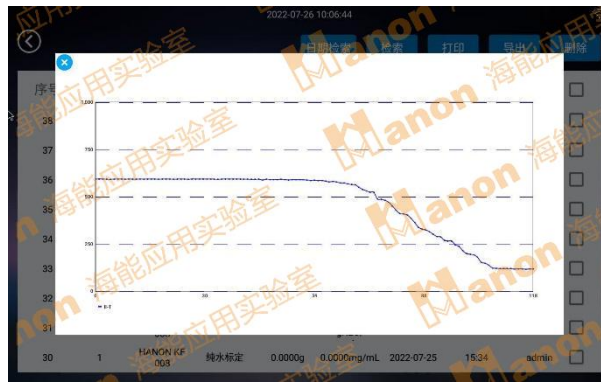
(2) 溶剂（丙酮）



(3) 溶剂（无水甲醇）



(4) 醋酸纤维浆液+丙酮



(5) 醋酸纤维浆液+丙酮

(6) 醋酸纤维浆液+丙酮

3 结果与讨论

3.1 实验结果

卡尔·费休滴定剂标定如下表：

序号	样品名称	进样量 (g)	滴定剂消耗体积 (mL)	滴定剂实际浓度 mg/mL
1	纯水	0.0113	2.354	4.8003
2	纯水	0.0111	2.315	4.7948
3	纯水	0.0117	2.440	4.7951
	平均值 (mg/mL)		N/A	4.7967
	相对标准偏差 (%)		N/A	0.0645

醋酸纤维浆液+丙酮溶液水分含量测试结果如下表：

样品名称	检测项目	序号	进样质量 g	滴定剂消耗体积 mL	水分含量 (%)	平均值 (%)	重复性 (%)	检测方法
醋酸纤维浆液+丙酮	水分	1	0.8656	1.505	0.8340	0.8366	0.3763	卡尔·费休容量法
		2	0.8759	1.526	0.8357			
		3	0.8827	1.546	0.8401			

醋酸纤维浆液空白溶剂（丙酮）的水分含量测试结果如下表：

样品名称	检测项目	序号	进样质量 g	滴定剂消耗体积 mL	水分含量 (%)	平均值 (%)	重复性 (%)	检测方法
丙酮 (空白)	水分	1	0.8164	0.338	0.1986	0.2029	5.9542	卡尔·费休容量法
		2	0.8231	0.332	0.1935			
		3	0.8288	0.374	0.2165			

醋酸纤维水分含量计算结果如下表：

样品名称	检测项目	序号	丙酮溶剂水分含量空白值 %	空白值测定后的溶剂量 g	用于外部溶解的醋酸纤维浆液量 g	醋酸纤维浆液与丙酮的总水分含量 %	水分含量 (%)	平均值 (%)	重复性 (%)	检测方法
醋酸纤维浆液	水分	1	0.2029	30.5413	6.0432	0.8340	4.0235	4.0392	0.4718	卡尔·费休容量法
		2				0.8357	4.0338			
		3				0.8401	4.0604			

计算公式：

$$X = X_2 \times \frac{(m_1 + m_2)}{m_2} - X_1 \times \frac{m_1}{m_2}$$

X——醋酸纤维丙酮浆液中水分的含量，单位为%；

B——丙酮溶剂水分含量空白值，单位为%；

m₁——空白值测定后的溶剂量，单位为 g；

m₂——用于外部溶解的样品量，单位为 g；

X₁——丙酮的水分含量，单位为%；

X₂——醋酸纤维浆液与丙酮的总水分含量，单位为%。

3.2 讨论

醋酸纤维浆液无在卡尔·费休醛酮试剂中的溶解度不是很好，故选择通过外部溶解的方式，以丙酮为溶剂，进行醋酸纤维浆液水分的滴定分析。