

卡尔费休库伦法测定工业乙腈中水分的含量

贺秀贤, 志永, 周雄晨

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要: 使用 T931 全自动水分测定仪测定不同品牌乙腈中的水分含量, 重复三次试验, 测得默克乙腈中的水分含量 0.0703%, 星河乙腈水分含量 0.0383%, 工业乙腈水分含量 0.0537%。

试验结果表明: 使用 T931 全自动水分测定仪测定乙腈中的水分含量, 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 乙腈; 水分

乙腈又名甲基氰, 是一种无色有特殊气味的溶剂, 能溶解多种有机、无机和气体物质。乙腈也是合成维生素 A, 碳胺类药物及其中间体的溶剂, 还用于制造维生素 B1 和氨基酸的活性介质溶剂, 在织物染色, 照明, 香料制造和感光材料制造中也有许多用途。本实验使用 T931 库伦水分仪测定其水分, 能够快速、准确地检测出微量水分含量, 大大提高检测效率和精度。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

T931 全自动水分测定仪, 双铂电极, 250uL 注射器, 分析天平等

1.2 试剂

卡尔·费休阳极电解液和阴极电解液。

2 实验方法

2.1 样品测试

打开磁力搅拌装置, 调整搅拌速度均匀平稳。预电解电解池里残余的微量水, 直至测定的偏移值小于测定的偏移值时。仪器处于待机状态时, 点击系统进样, 用称量好质量的装有待测样品的注射器针头穿过仪器进样口隔膜, 浸入阳极液面以下, 进行进样, 进样完成点击开始测定。再次称量注射器的质量, 两次差值即为进样的质量。当完成测试时, 输入样品的进样量, 仪器自动计算样品的水分含量, 测试完成。

2.2 仪器参数

T931 库伦水分仪参数设置如表 1 所示:

表 1 库伦水分仪参数设置

搅拌速度：50%	终点：80mV
控制区：400mv	漂移值：25ug/min
混合时间：20s	终止类型：相对漂移停止
开始电解速率：正常	电解模式：自动
最大电解速率：18.67ugH ₂ O/s	最小电解速率：0.93ugH ₂ O/s

3 结果与讨论

3.1 实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 水分含量测试结果

样品名称	样品质量/g	总水量/ug	水分含量/(%)	平均值/(%)
默克	0.1732	130.50	0.075	0.0703
	0.1265	88.60	0.070	
	0.1828	121.50	0.066	
星河	0.1685	70.80	0.042	0.0383
	0.1897	71.80	0.038	
	0.1647	56.90	0.035	
工业	0.1261	65.20	0.052	0.0537
	0.1657	83.90	0.051	
	0.1799	104.1	0.058	

3.2 结论

用 T931 卡尔费休水分仪测定乙腈的水分，测量的数据重复性良好，能够准确检测其微量水分含量。