

卡尔费休库伦法测定氯代碳酸乙烯酯中水分的含量

贺秀贤, 李志永, 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氯代碳酸乙烯酯中的水分含量, 重复多次试验, 测得氯代碳酸乙烯酯中的水分含量 1.478mg/g。试验结果表明: T931 全自动水分测定仪测定氯代碳酸乙烯酯中的水分含量, 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 氯代碳酸乙烯酯; 水分

氯代碳酸乙烯酯, 分子式是 $C_3H_3ClO_3$, 是一种化工原料, 主要用作有机合成中间体或者锂电池电解液添加剂。在常温常压下保存的时候, 其水分指标对其非常重要。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, 250 μ L 注射器, 分析天平等

1.2 试剂

醛酮专用卡尔·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：50ug/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/(mg/g)	平均值/(mg/g)	RSD/%
氯代碳酸 乙烯酯	0.2031	303.70	1.495	1.478	0.986
	0.1903	280.20	1.472		
	0.2590	380.21	1.468		

3.2 结论

用 T931 卡尔费休水分仪测定氯代碳酸乙烯酯的水分，数据重复性良好，测量的数据重复性良好，RSD 值在 0.9%，能够准确检测其微量水分含量。