

采用 AKF-1 卡式水分仪直接进样测定回收乙腈含水量

溶剂回收是在合成实验室,特别是在精细化工生产中经常遇到的问题,乙腈的单价较高,而且其价格的上下波动很大,溶剂回收有利于降低生产成本,减少环境污染,其意义是不言而喻的。

乙腈回收过程中水分含量的控制是不可缺少的项目,卡尔费休水分测定法,已被很多国际标准,如 ISO, ASTM, DIN, BS, 和 JIS 等公认为准确性最高的方法。适用于各种物质水分含量的测定。应用范围广泛,适用于固体、液体和气体样品。

仪器配置:

- | | |
|-----------------------|---------------------|
| 1. AKF-1 卡尔费休水分测定仪主机; | 5. 10 μ L 微量注样针 |
| 2. 全封闭安全滴定池组件; | 6. 5ml 样品进样针; |
| 3. 铂片电极; | 7. 电子天平 (0.1mg) |
| 4. 滴定池搅拌台; | |

仪器参数:

计量管体积: 20mL	滴定延时: 10 秒
控制精度: 3 μ L (20ml 高精度计量管)	终点延时: 10 秒
搅拌速度: 30	漂移扣除: 开
吸排试剂: 自动	终点保持: 开
辅助功能: 方法保存, 结果自动计算存储, 设备检定, 废液瓶满警示功能	漂移值更新: 自动
	延时设置: 可根据需要设置延时滴定、终点延时功能应对难溶样品

测定方法:

- 1、使用仪器的“吸溶剂”功能向滴定池内注入约 40ml 的无水甲醇溶剂,。
- 2、使用仪器的“打空白”功能滴定至终点,以去除滴定池内的水分,仪器就绪并保持终点的状态。
- 3、用经过干燥处理的微量进样针精确抽取 10 μ L 纯水,拭干针头后放入天平称量,选择仪器标定功能,将纯水注入到滴定池内液面以下,拭干针头后放入天平称量,将前后两次称量之差作为纯水的重量输入到仪器,开始标定。
- 4、重复步骤 3,反复测量 3~5 次,仪器会自动保存标定结果并计算出平均值作为试剂的滴定度。
- 5、用加样针抽取一定量的样品加入滴定池,将进样前后加样针的重量之差作为样品进样量输入仪器,并开始测量。

卡尔费休水份测定仪样品测定记录

样品来源:	浙江某客户单位	检测仪器: AKF-1
样品名称:	回收乙腈	滴定度: 3.245mg/mL

序号	样品名称	进样质量/g	试剂消耗体积/ml	检测时间/m, s	检测结果
1	回收乙腈	0.6502	2.157	2.57	1.0765%
2	2	0.3623	1.077	2.27	0.9651%
3	3	0.5182	1.721	2.38	1.077%
标准偏差:					0.064
平均值:					1.04
RSD:					6.201

结论:

在样品处理后, 采用 AKF-1 卡尔费休水份测定仪测定回收乙腈的含水量, 采用直接进样法测量, 重现性佳, 准确度高, 省时方便。