

容量法测定甲醛中水分含量

1 前言

甲醛通常为无色气体，有刺激性气味。易溶于水和乙醚，水溶液浓度最高可达 55%，实验室常规的试剂甲醛含量大约为 37%~40%，通常加入 8%~14%的甲醇防止聚合，所以在甲醛试剂生产过程中，为保证其溶液的稳定性，需要控制好三者的配比，防止产生聚合现象，由于水占得比例最大，检测水分的含量是控制其生产的有效方法之一。

采用容量法测定甲醛水分，能够快速、准确地检测出甲醛的水分含量，为甲醛水分测定提供准确、高效的依据。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T930 全自动水分测定仪，双铂电极，5mL 滴定单元。

2.2 试剂

卡尔·费休滴定剂双组份（醛酮专用）。



3 实验方法

3.1 实验步骤

通过水分测定仪排液装置，排除残液，加入溶剂（醛酮专用）50mL 于滴定杯中，溶剂需要没过电极，设置好参数后，仪器开始预滴定，待仪器处于待机状态时，点击系统进样，打开加料口橡胶塞，用针管将样品加入滴定杯（差量法计算加入样品质量），立即盖好橡胶塞，点击开始测定，用卡尔·费休滴定剂（醛酮专用）滴定至终点，输入样品的称样量，计算样品的水分含量。

3.2 仪器参数

搅拌速度：30%	终点：80mv
控制区：400mv	漂移值：50ug/min
混合时间：30s	终止类型：相对漂移停止
开始加液速率：较慢	结束体积：10mL
最大加液速率：5mL/min	最小加液速率：80uL/min

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品编号	滴定液浓度 (mg/mL)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	水分 (%)	RSD(%)
1	3.012	0.06431	10.079	47.21	0.6521%
2		0.05362	8.445	47.44	
3		0.06483	10.108	46.96	
4		0.06731	10.655	47.68	

计算公式：

$$X = \frac{V \times T}{m \times 10}$$

式中：

X --为样品水分含量 (%) ；

V₁ --为滴定样品时消耗的滴定液体积 (mL) ；

m --为样品称样量 (g) ；

T --为滴定液的浓度 (mg/mL) 。

4.2 结论和讨论

用 T930 全自动水分仪测定甲醛的水分，数据重复性良好，测得水分在 47%左右，测量的数据重复性良好，RSD 值在 0.6%左右，能够准确检测甲醛含量。

参考文献

[1] GB/T6283 化工产品中水分的测定 卡尔·费休法（通用方法）.[S]