

容量法测定硫酸铵中水分含量

1 前言

硫酸铵是一种无机物，是一种无色结晶或白色颗粒，无气味。硫酸铵主要用作肥料，适用于各种土壤和作物。还可用于纺织、皮革、医药等方面。由于其生产方式大部分为中和法，所以在最后都需要进行干燥处理，最终会进行水分检测，以确定成品的质量。

该方法通过使用 T930 容量法水分测定仪，可以快速检测出硫酸铵中水分，方便快捷，数据重复性好，结果准确，是这类产品水分检测的不二之选。

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。



3 实验方法

3.1 实验步骤

称取试样 5.0g，于 250mL 带橡胶塞的锥形瓶中，用大度移液管量取 50mL 无水甲醇溶液，盖上塞子，充分震荡 5min，静置 10min，等待试样沉淀。用移液枪吸取 1mL 上层甲醇萃取液，待仪器处于待机状态时，点击系统进样，于加液口迅速加入滴定池，立即盖好橡胶塞，点击开始测定，用卡尔费·休滴定剂滴定至终点，记录消耗的体积 V_1 。

以同样方式滴定 1mL 无水甲醇，记录消耗的卡尔费休滴定液的体积 V_2 。

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)	空白滴定 体积 V ₂	取样量 (mL)	滴定体积 V ₁ (mL)	水分 (%)
1	4.50	1.280	1	0.744	3.023
2				0.788	3.031
3				0.797	3.061

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 全自动水分仪测定硫酸铵的水分，数据重复性良好，两组数据绝对差值没有超过 GB/T 535-2020 要求的 0.05%，检测方法简便，容易操作，能够满足日常生产检测需求。

参考文献

[1] 中国药典 2020 版四部通则 卡尔·费休水分测定法.

[2]GB/T 535-2020 肥料级硫酸铵.