

# 容量法测定己内酰胺中水分含量

## 1 前言

己内酰胺，是一种重要的有机化工原料之一，外观为白色粉末或结晶体，有油性手感。主要用途是通过聚合生成聚酰胺切片（通常叫尼龙-6切片，或锦纶-6切片），可进一步加工成锦纶纤维、工程塑料、塑料薄膜等。通常在生产和进出口贸易中，都要对其水分进行检测和把控，并且制定了相关标准 SN/T 2783-2011，指导该产品的水分测定。

本方法采用标准中的第二法卡尔·费休测定法，相比于第一法共沸法来说，该方法安全易行，检测效率高，数据更为准确，重复性也很好，适合用于检测该产品水分含量。

## 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

通过水分测定仪排液装置，排除残液，加入溶剂甲醇 40mL 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，根据样品消耗滴定液的体积选择进样量，迅速加入试样，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，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 ( % )
1	4.50	0.94065	0.167	0.082
2		0.97872	0.186	0.088
3		1.01691	0.163	0.074

计算公式：

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

式中：

X --为样品水分含量 ( % ) ；

V<sub>1</sub> --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 全自动水分仪测定己内酰胺的水分，数据重复性良好，不超过标准要求中的重复性限两组数据差值 1%，并且操作安全，检测效率更高，适合快速检测己内酰胺水分。

## 参考文献

[1]GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法).

[2][2]SN/T 2783-2011 己内酰胺水分测定.