

## 卡尔费休库伦法测定氯代碳酸乙烯酯中水分的含量

### 一、前言

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。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

T931 全自动水分测定仪，双铂电极，250uL 注射器，分析天平等

#### 2.2、试剂

醛酮专用卡尔.费休阳极电解液和阴极电解液。

### 三、实验方法

#### 3.1、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。

#### 3.2、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 <sub>2</sub> O/s	最小电解速率：0.93ugH <sub>2</sub> O/s

## 四、结果与讨论

### 4.1、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		

### 4.2、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。