

# AKF-1 容量法卡尔费休水分测定仪

报告：上海禾工科学仪器有限公司

数据档案：2016101801

## ---案例名称---

### 卡尔费休水分测定仪直接进样测定乙酰乙酸甲酯中的水分

## ---目的---

乙酰乙酸甲酯，是一种无色液体，主要用途是用于医药工业、杀虫剂和除草剂的中间体，广泛应用于农药、医药、染料、高分子稳定剂等有机合成中。本实验通过直接进样测试乙酰乙酸甲酯的水分，来验证 AKF-1 在测定乙酰乙酸甲酯中水含量的可行性，准确度和重复性。

## ---仪器配置---

- |                       |                     |
|-----------------------|---------------------|
| 1. AKF-1 卡尔费休水分测定仪主机； | 6. 10 $\mu$ L 微量进样针 |
| 2. 全封闭安全滴定池组件；        | 7. 2ml 样品进样针；       |
| 3. 铂片电极；              | 8. 电子天平（0.1mg）      |
| 4. 滴定池搅拌台；            |                     |

## ---试剂---

滴定剂：容量法单组份试剂，当量 3mg/mL, 国产； 溶剂：无水甲醇；

## ---测定方法---

- 1、使用仪器的“吸溶剂”功能向滴定池内注入约 50ml 的无水甲醇。
- 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 $\mu$ 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、用进样针抽取样品注入滴定池，将进样前后进样针的称重之差作为样品进样量输入仪器，并开始测量。

## ---仪器参数---

计量管体积：20mL	滴定延时：30 秒
控制精度：1 $\mu$ 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

## 卡尔费休水份测定仪样品测定记录

样品来源： 江苏某客户

环境湿度： 40%

环境温度： 23 °C

当前漂移： 6  $\mu$ L/min

样品名称： 乙酰乙酸甲酯

滴定度： 3.856mg/mL

### 测试结果：

样品名称	样品质量/mg	试剂消耗/ml	检测时长	测量结果/%
乙酰乙酸甲酯	8760.0	0.384	3: 58	0.0169
	10506.0	0.408	3: 00	0.0150
	10411.0	0.436	3: 25	0.0161

### 结论：

采用 AKF-1 卡尔费休水分测定仪直接进样测定乙酰乙酸甲酯的含水量，测试结果的准确度和重复性较好，适合此类型样品的测试。