

聚合物微量水分的测定

所属实验课程：《高分子物理实验》、《综合性课程设计》

一、概述

高分子材料含水量过高时，对其制品的外观质量、力学性能、电性能、光学性能以及成型性能都会产生不良影响，因此，在高分子材料成型加工中往往要控制树脂或塑料的含水量，必要时还应尽可能地除去水分以保制品质量要求。

二、实验目的

- 1、了解高分子材料含水率各种测定方法。
- 2、掌握压差法测定高分子材料微量水分的测定原理及测定方法。

三、实验原理

用来测定高分子材料水分的方法很多：如干燥失重法、蒸汽测压法、溶剂共沸蒸馏法、卡尔-费休滴定法以及气相色谱法、红外光谱法等仪器分析法。对不同的聚合物材料，由于各种方法的特殊性（高温下的化学反应、被测聚合物的难溶解、与试剂的某些副反应干扰等），其适用范围都有一定限制。

干燥失重法简单方便，不需特殊仪器装置，但干燥过程常常是在较长时间的高温下进行，对于耐热性差的某些高分子材料容易造成过热分解而产生挥发性物质；对于一些高聚物还有可能进一步发生缩聚反应而放出水，致使实验结果偏高。其次由于树脂中或多或少含有一定量的未聚合体，因此在干燥失重的挥发物中，水分并不是唯一的组分。

卡尔-费休滴定法是普遍采用的微量水分测定方法，对大多数的有机物和无机物中水的分析都能成功。此方法被广泛用于测定塑料含水量，它具有反应专一、灵敏度高等特点。不过这种方法实验操作较麻烦，尤其是对某些能和卡尔-费休试剂起反应的聚合物不能直接滴定，必须将试剂的配方或操作过程进行相应的改进，才能得到良好的效果。

本实验采用的是蒸汽测压法。其原理为：将高分子材料试样置于密闭的真空系统中，系统加热温度恒定在高于该系统压力下水的沸点的某一温度下，高分子材料中的水受热汽化，使容器系统压力升高，其压力升高值通过一准确压力计计量，即测出该试样的含水量。

压差法微量水分测定，是用于测定聚酯、尼龙、氨纶等高分子材料在干燥处理后的残存水分的一种常用方法，被广泛的应用在化纤行业中，以控制由于水分含量不合格而造成的纺丝的严重的质量问题。

压差法测定水分是采用流体压力原理，将试样中的水分在确定真空度和加热温度下，完全汽化时所产生的压力显示在压差仪 U 型液位管上，得到液位差，并以水分含量为纵坐标，液位差为横坐标画出标准曲线，从而求出系统常数 K（斜率）值。

四、实验原料与仪器

聚酯（PET）、聚酰胺（PA）、聚丙烯（PP）等高聚物切片。

压差式微量水分测定仪一套（如图 3-1）；麦氏真空表一块；FA2004 电子天平（感量 0.1mg）；真空泵一台（2XZ-1 型旋片式真空泵）；称量瓶（10ml）；液体石蜡（二级试剂，注入压差仪 U 型管中）；2 号真空脂（密封旋塞用）；30 号真空封泥（密封各橡皮管接口）；7501 高真空硅脂（密封试管口）；钨酸钠（一级试剂，标定系统 K 值）。

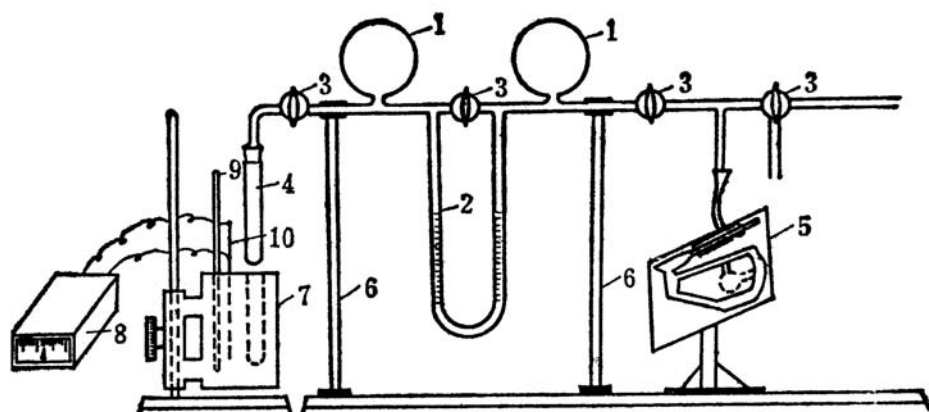


图 3-1 压差式水分测定仪装置图

1—平衡球（250ml）；2—U 型液位管；3—旋塞；4—试样管；5—真空规；
6—仪器支架；7—电阻丝-铝块加热器；8—继电器；9—温度计；10 热电偶

五、实验操作

1、系统气密性试验

由于实验是在高真空的密闭系统里进行，因此系统的气密性就是至关重要的。在系统安装后，首要的事情就是进行系统的气密性试验。

开启 U 型管中间的旋塞及试样管前的旋塞，接上试样管。接上真空泵抽真空至低于 100Pa，关闭试样管前的旋塞，此时两侧液位应该在同一水平面上。关闭 U 型管中间旋塞，，静止 1 小时，观察两侧液位变化。如果两侧有液位差，则要

检查重新密封。

2、K 值的标定

实验时，不同的水分含量在右侧液面上产生不同的压力，引起液位不同的下降程度 ΔP 。那么为了找到水分含量与液位位移 ΔP 之间的关系，以便根据液位位移量直接求出水分含量，就要对压差法水分测定装置进行标定。

标定的方法是用一种具有固定含水率的、在一定温度和真空度的条件下水分能充分逸出的物质代替样品，放入试样管进行实验。常用的试剂有以下几种：钼酸钠 ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)；钨酸钠 ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)；硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

本实验选用钨酸钠 ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 为基准物标定K值，因为钨酸钠含有两个较稳定的结晶水，并且含水率只有 10.91%（重量），这样保证了较大的称样量，可以减少称量误差。

K 值标定实验步骤如下：

- 1) 分别称取约 0.002~0.1 g 之间 10 个左右不同重量的钨酸钠样品置于干燥的试样管中待用；
- 2) 开启 U 形管中间的阀门、左右两个边阀门，关闭放空阀；
- 3) 取一只已装试剂待用的试管，与压差管连接好；
- 4) 抽真空至小于 100Pa；
- 5) 顺次关闭抽真空边阀（图中 U 形管右边阀）、U 形管中间的阀门、真空泵；
- 6) 将已经恒温至 200℃的炉膛套在试管外周；
- 7) 试剂中的结晶水开始在真空和高温的条件下逸出，液位开始变化，且越来越快，至 10 分钟后趋于稳定，当液位变化不再明显时，记录液位差 ΔP ；
- 8) 顺次开启 U 形管中间的阀门、抽真空边阀、放空阀；
- 9) 更换上述已装试剂的试管，重复以上操作直至试验完毕。
- 10) 以测定的压差值为横坐标，以钨酸钠的含水量为纵坐标，画出液位差（mm）—含水量关系直线，求出直线的斜率即为压差试验装置的 K 值。

3、样品含水率的测定

压差法水分测定装置经过标定后，便可以方便的测得样品的含水率。

称取一定重量 m (0.5~3g) 的待测样品放入试管中，重复和标定时一样的过程，得到液位差 ΔP 。

六、实验结果计算

由以上测得的样品的液位差 ΔP ，计算被测样品的含水率的公示为：

$$w = \frac{k \times \Delta P}{m} \times 100\%$$

七、思考题

- 1、压差法微量水分测定具有哪些优点？
- 2、在实验过程中，右边的真空阀为什么要关闭，是否可以一直抽真空？