

 CHAOSHENG · 潮 声 CBS-1A 型

卡氏微量水份测定仪

安装使用说明书



北京海淀潮声技术开发公司

目 录

第一章 引言

1-1 用途	1
1-2 检测原理	1
1-3 安全措施	1

第二章 工作原理及特性

2-1 工作原理	3
2-2 仪器特性	3

第三章 主要功能及技术指标

3-1 主要功能	4
3-2 技术指标	4

第四章 仪器的介绍

4-1 仪器系统介绍	5
4-2 仪器主机前面板介绍	5
4-3 仪器主机后面板介绍	7
4-4 仪器主机其它部分的介绍	8
4-4-1 仪器上面部分	8
4-4-2 仪器右侧部分	9

第五章 安装与启动

5-1 检查验收	10
5-2 放置	10
5-3 安装	10
5-3-1 安装换向阀	10
5-3-2 安装泵头	10
5-3-3 安装滴定池部件	11
5-3-4 安装气路	12
5-3-5 安装液管	12
5-3-6 安装干燥剂管	13
5-3-7 安装试剂瓶盖	13
5-3-8 安装电极	13
5-3-9 电源连接	13
5-4 启动	13

第六章 仪器操作说明

6-1 搅拌	14
6-2 清洗	14
6-3 参数设置	14
6-3-1 重量	14

6-3-2 滴参	15
6-4 空白	15
6-5 漂移	16
6-4 标定	16
第七章 检测的基本步骤	
7-1 检测前的检查	17
7-2 检测前的准备	17
7-2-1 清洗	17
7-2-2 空白	17
7-2-3 漂移	17
7-2-4 标定	17
7-3 检测的基本步骤	17
7-3-1 加液	17
7-3-2 检测	17
7-4 打印	18
第八章 成套性	19
第九章 注意事项及维护	
9-1 试剂和电极的选用	20
9-1-1 试剂选用	20
9-1-2 电极选用	20
9-2 测定中的注意事项	20
9-3 维护	21
第十章 运输与保管	23
第十一章 制造厂的保证	24
第十二章 附录	
12-1 工具备件	25
12-2 仪器配件	25
12-2-1 基本配置	25
12-2-2 标准配件	26
12-2-3 其它配件	28

第一章 引言

1-1 用途

卡尔非休法是公认的高准确性检测水份的经典方法。CBS-1A 型全自动卡氏微量水份测定仪，可广泛用于石油化工、制药、日用化工、食品、农业、商品检验、实验室等诸多行业的微量水份检测。

1-2 检测原理

依据卡尔非休法测定水份含量时，在存在甲醇和碱的情况下，水会按照下列化学反应式与碘和二氧化硫进行化学反应：

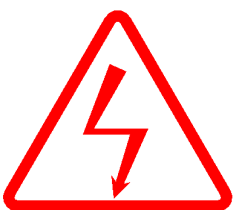


就容量滴定而言，碘是作为滴定剂加入的。

1-3 安全措施

本仪器在出厂前已进行过测试，但您仍需阅读并理解所有使用说明和遵守下列安全措施，以免发生火灾、电击和人员伤害。

1. 人身安全保护措施



- 2 牢记电器使用常识。
- 2 确保您的电源线插入的插座已经接地！如未接地，可能导致不安全事故发生，请勿使用。
- 2 不允许将任何东西放在电源线上。放置仪器时，应使仪器的

线不被走过的人踩到。不要让宠物咬 AC 电源线、打印机电缆和电极导线。这些情况可能会引起危险的结果或故障。

- 2 请勿在有爆炸危险性的环境内工作！仪器外壳并非完全气闭（存在因火星、进入气体产生的腐蚀等造成的爆炸可能性）。

2. 操作安全保护措施



- 2 遵守随产品提供的说明书内的所有警告和使用说明。
- 2 如仪器发生故障，请仅送至厂家或请厂家派人进行维修！
- 2 使用化学品和溶剂时，请遵照制造商的使用指导和通用的实验室安全规范！

如果不慎使皮肤接触了化学品或溶剂，应立即用大量的水进行冲洗！

如果不慎使眼睛接触了化学品或溶剂，应立即用大量的水进行冲洗，并向医生求诊！

2 所有的卡尔非休试剂都易燃并有毒性！

2 请立即擦去溅在仪器上的液体！

2 请排除以下环境影响因素：

① 强烈振动；

② 阳光直射；

③ 环境湿度高于 80 %；

④ 温度低于 5°C 或高于 40°C；

⑤ 强大的电场或磁场。

保管好这些说明书。

第二章 工作原理及特性

2-1 工作原理

CBS-1A 全自动卡氏微量水份测定仪（以下简称测定仪）该仪器依据卡尔非休容量法采用柱塞式滴定方法，由单片机控制柱塞的滴定过程，采集电极的动态信号，自动判断停止点，并计算测定结果。

原理图如下：

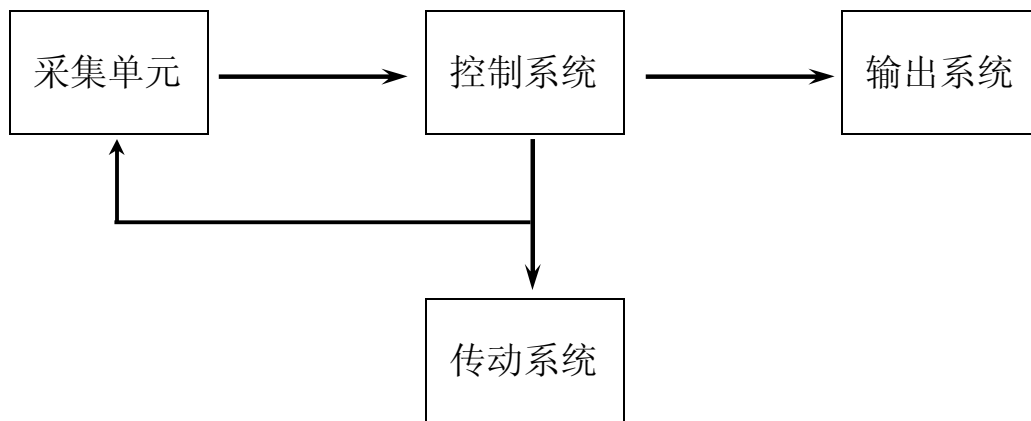


图 2-1 工作原理方框图

2-1 仪器特性

(1) 安全的实验环境

系统采用全封闭方式的一体化设计，只要按下相关的参数键就可以自动更换溶剂（排出废液、吸进溶液），避免了化学试剂与人体的接触，给您一个安全的工作环境，令您的工作轻松又有效率。

(2) 全中文显示，操作简单，自动化程度更高

中文界面操作使人机对话更为亲近。仪器具有自动、实时监测系统，自动返回，除去侵入滴定池内的微量水份。在滴定中您按照操作说明输入参数，即可完成测试试验，一个样品的测试时间在 30 秒至几分钟之内即可完成，并打印出测试报告。

(3) 测定结果准确性高，重现性好

仪器系统高度密闭，滴定漂移值极低，可以测出 0.15~500 mg 的微量水份值，保证了测量结果的准确性和可靠性。

(4) 被测试样可以是液体、固体、气体及糊状物

第三章 主要功能及技术指标

3-1 主要功能

全自动检测微量水份含量

自动吸液及排废液

打印检测报告

3-2 技术指标

信号采集分辨率： 10^{-6} A

重现性： ± 0.02

最小进给量：0.002 ml

滴定速率：1 ml/s

结果显示单位：% ppm mg

灵敏度：10 ppm

显示方式：中文显示

环境温度：5 ~ 40 °C

环境湿度： $< 65\%$ （避免露状天气）

检品量程：0.15 ~ 500 mg

极化电压：0 ~ 2560 mV

极化电流：0 ~ 2000 μ A

工作电源：AC 220 V $\pm 10\%$ 50 Hz $\pm 5\%$

主机重量：15 kg

主机尺寸：443 \times 230 \times 180 mm

第四章 仪器的介绍

4-1 仪器系统介绍

测定仪系统包括仪器主机、配件和打印机（见图 4-1）。



图 4-1 卡氏微量水份测定仪

4-2 仪器主机前面板介绍

仪器主机前面板包括液晶屏和键盘两部分（见图 4-2）。键盘按功能分为数字键和功能键，功能键按颜色分为复合键（黄色）和单功能键（白色）。复合键在做水份测定、永停滴定和全自动电位滴定时输入参量用；单功能键只在水份测定或永停滴定时使用。

功能键主要作用：



用于对所输入数值的确认，确认后仪器将转入下一个参数的输入。



用于全自动电位滴定时。



打印实验结果，打印完成后仪器自动返回空白滴定。



图 4-2 测定仪前面板图

- 退出** 仪器从运行状态退回到待机状态，在滴空白、报警或液晶显示进给值时按此键有效。如：从某一个参量输入中转到下一个功能键的参数输入。
- 启动** 做水份测定和永停滴定时，在检品重量输入后，按此键仪器将进行测定。
- 校正** 用于全自动电位滴定仪。
- 回零** 只有在水份、永停测定时有效，执行此键泵头回到原位。在滴空白前先执行一次回零键。
- 复位** 停止仪器的运行状态，使仪器自动回到初始状态。
- ↑** 查找键。用于在设定滴参或重量参数时，各项往回查找参数。



在做水份和永停测量时为标定功能。做水份时确定卡尔非休试剂的滴定度，做永停时测定滴定液的浓度。



参量输入键。做水份测定和永停滴定时该键为重量输入键，做全自动电位滴定时为公式输入键。做水份测定或永停滴定时可按该键选择仪器类型，开始滴定前按该键输入被测样品重量等。



每按一次该键，仪器将对管路自动进行清洗一次。最多设定 9 次，实际运行 为 N-1 次。输入 1 时为找仪器原点。



用于全自动电位滴定仪。



设置仪器运行状况的各项控制参数。



参量输入键。在做水份时为漂移功能（永停时不用此键），执行漂移时仪器自动测量单位时间内滴定池中水份的总量。此值参加参量计算。做全自动电位滴定时为模式输入键。



单功能键。做水份测定时有效，执行空白功能时，仪器进行滴定，自动清除侵入滴定池内的水份。

4-3 仪器主机后面板介绍

仪器主机后面板上主要是电源接口、电源开关、各种功能转换开关和设备接口等（见图 4-3）。

1. 电源接口 AC~220 V 50 Hz
2. 电源保险 2 A
3. 电源开关（向上为开，向下为关）
4. 搅拌器开关（向上为开，向下为关）
5. 功能转换开关（多功能时使用）
6. 水份电极接口（用于水份测定和永停滴定）
7. 电位电极接口（电位滴定专用）
8. 指示端子接口（电位滴定专用）
9. 参比端子接口（电位滴定专用）
10. USB 接口

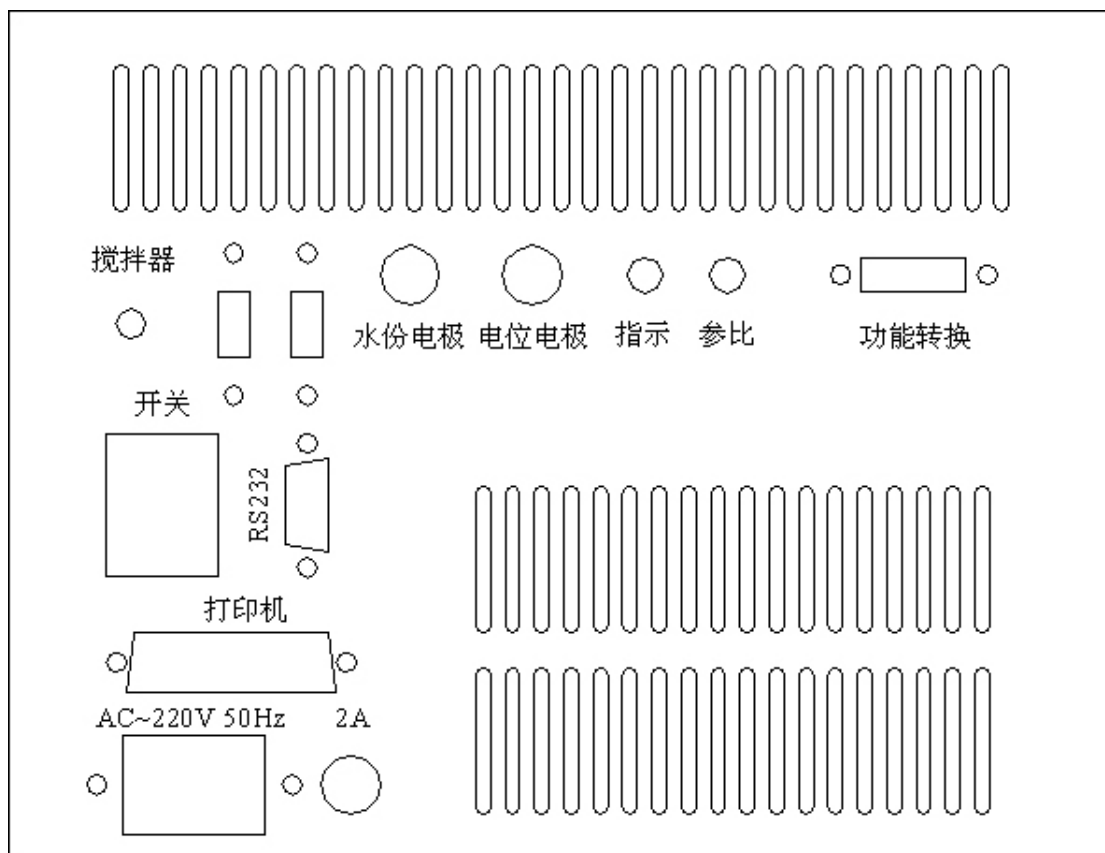


图 4-3 测定仪后面板图

11. RS232 接口

12. 打印机接口（接并口打印机）

4-4 仪器主机其它部分的介绍

4-4-1 仪器上面部分

仪器主机从上面看分五个部分：由①换向阀座和②滑块扳手组成的换向阀安装部分；③固定座和④主轴组成的泵头安装部分；⑤进液按钮和⑥排液按钮两个按钮开关；⑦滴定池座和⑧下立柱安装孔组成的滴定池安装部分；⑨废液瓶气管接口和⑩甲醇溶液瓶气管接口两个气泵接口部分。

滑块扳手在图示位置为打开，此时可以更换换向阀；推到最末端为锁定位置，此时不可扳动换向阀，以防损坏换

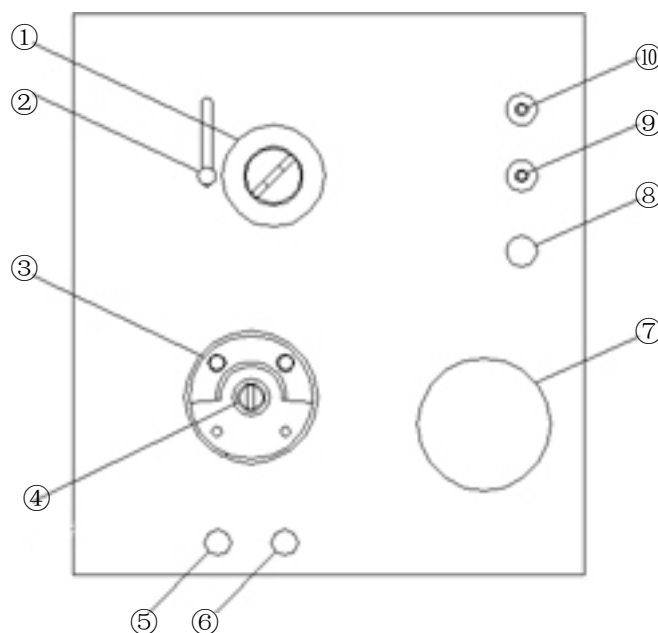


图 4-4 测定仪上视图

向阀。

最前端的两个按钮开关，左侧为进液按钮，用于从试剂瓶向滴定池中加甲醇溶液；右侧为排液按钮，用于将滴定池中的废液排放到废液瓶。

最后面的两个接口，前端气管接口与废液瓶干燥管上端相连，后面气管接口与甲醇溶液瓶干燥管上端相连。

4-4-2 仪器右侧部分

仪器右侧面有一个旋钮开关，用于搅拌过程中调节搅拌子转动速度。

第五章 安装与启动

5-1 检查验收

开箱后，先取出上面配件箱，并小心取出包装玻璃器皿的泡沫箱，最后取出仪器主机。（请保存好包装箱，以备将来移动或包装仪器用。）然后按装箱单仔细检查验收所装物品，并确认所有的组件与手册都齐全。发现问题及时通知生产厂家以便及时解决。如果发现损坏应立即通知有关运输部门。在确保无误后方可进行下一步工作。

5-2 放置

测定仪应放置在水平、坚实、无震动，可承受 15 kg 以上重量的台面上。

工作环境：①干燥、通风、无灰尘；

②温度不会剧烈波动并在 5~40 °C 范围内，相对湿度 <65 %；

③电源 AC 220V 50Hz，接地性能良好。

5-3 安装

5-3-1 安装换向阀

换向阀安装时，首先要看阀体下面转子座的相对位置是否正确。如图 5-1 所示：转子座①的凹槽与阀体下方的浅凹槽垂直，且转子座的凹台与阀体的凹槽在换向阀的同侧。

然后将换向阀如图 5-2 所示，按①→②的步骤安装在仪器上。
注意事项如下：

- 1) 转子座下方的凹槽要与下座的凸台对准；
- 2) 换向阀下方的销子（图 5-1 上的②）要与下座上孔的位置相对应；
- 3) 换向阀侧向的凹槽方向要与下座上的滑块滑动方向对齐；
- 4) 执行完图 5-2 上的第②步之后要将固定滑块扳手拧紧；
- 5) 换向阀安装在下座上要平稳不晃动。

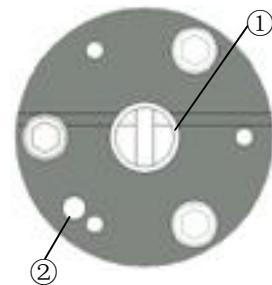


图 5-1

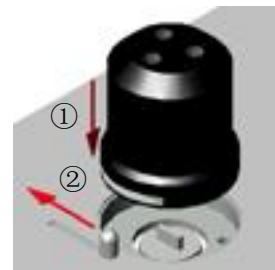


图 5-2

5-3-2 安装泵头

将泵头如图 5-3 所示，按①→②→③的步骤安装在仪器上。注意事项如下：

- 1) 泵头安装应是在仪器执行完“回零”后进行；

2) 泵体下方的凸台与固定座上的凹槽对齐时,看泵头下方柱塞连杆的 T 形头与轴套上方的 T 形凹槽是否对准,如有偏差时不可强行将泵头推入固定座内,以防损坏泵头,应调整 T 形头的高度使其与凹槽对齐;

3) 泵头沿①的方向要推实,与固定座紧密连接不松动。

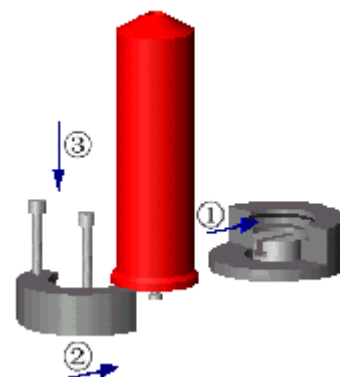


图 5-3

5-3-3 安装滴定池部件

滴定池部件安装分两个步骤,首先是滴定池支架安装,如图 5-4 上①→②→③→④→⑤所示,先将下立柱安装在仪器上面的安装孔(图 4-4 上⑧的位置)上;再将上立柱安装在下立柱上;然后将滴定池上盖安装在滴定池支架上,此时注意上盖上的最大孔应与支架大孔同向(如图 5-4 上所示);把搅拌子放入滴定池内,再将滴定池安装在上盖下;最后再将组合好的滴定池与支架安装在上立柱上,旋转上立柱,让滴定池底部与仪器上的凹槽平面刚接触即可。

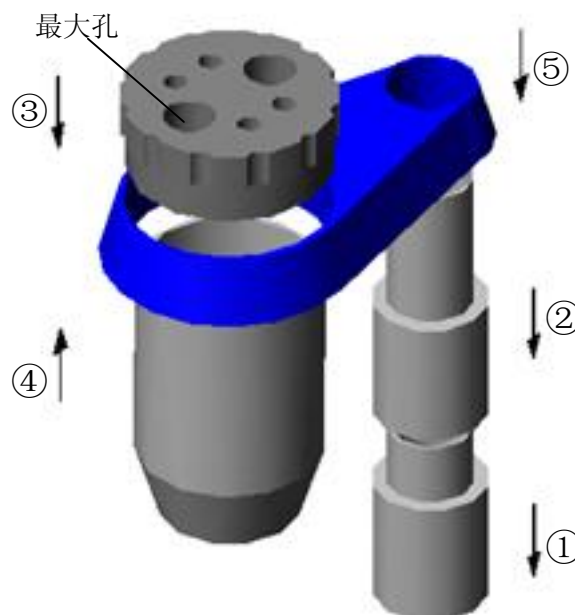


图 5-4

其次是滴定池上盖上各部件的安装,如图 5-5 上位置所示,将电极、进样口、液管等组件安装在滴定池上盖上。

- ①电极插孔
- ②干燥剂管接头安装口
- ③卡氏液滴定管接口
- ④进样口插孔
- ⑤甲醇溶液进液管接口
- ⑥废液排液管接口

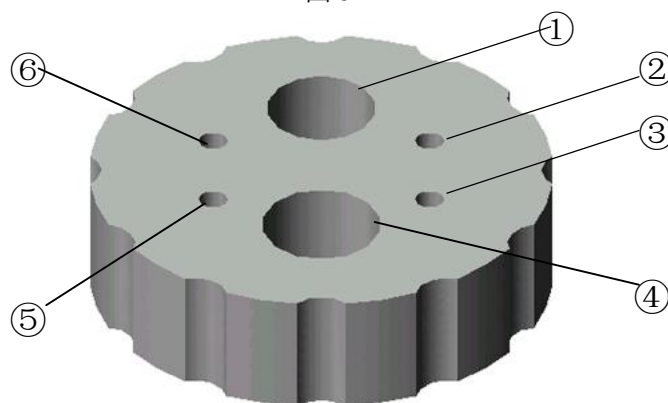


图 5-5

电极和液管的安装详见 5-3-8 和 5-3-5 的说明。进样口安装需先将进样垫放入插孔④中,再插入进样口。干燥剂管安装需先将气管接头密封垫(锥端向下)放入安装口②中,再将气管接头拧紧到安装口上,然后将干燥剂管放入上立柱中,并用一根透明的塑料软管将干燥剂管上端与气管接头连接起来。

5-3-4 安装气路

气路安装有两部分：

1) 将仪器上视图中的前端气管接口（图 4-4 中的⑨）与废液瓶干燥管上端，用一根透明的塑料软管连接为排废液的抽气管；

2) 将后面气管接口（图 4-4 中的⑩）与甲醇溶液瓶干燥管上端，用一根透明的塑料软管连接为加甲醇溶液的进气管。

5-3-5 安装液管

液管安装有三部分：

1) 甲醇溶液进液管：将一根白色聚四氟乙烯管两端先套上蓝色手拧接头（均为螺纹端向外），再套上液管密封圈（均为锥端向外），然后分别插到滴定池上盖和甲醇溶液瓶盖上的安装孔内拧紧。（注：滴定池内一端插到液面上方，甲醇溶液瓶一端插到液面最下方。）

2) 废液排放管：将一根白色聚四氟乙烯管两端先套上蓝色手拧接头（均为螺纹端向外），再套上液管密封圈（均为锥端向外），然后分别安装在滴定池上盖和废液瓶盖上。（注：滴定池内一端插到液面最下方，废液瓶一端插到瓶内即可。）

3) 卡氏液液管（卡氏液储存时惧光，所以卡氏液液管采用白色聚四氟乙烯管外面套有一层红色护套软管来遮光），共分为三部分：

① 进液管（图 5-6 中的①），一端安装在换向阀上右侧后面的安装孔内（出厂时已经安装好），另一端套好蓝色手拧接头（螺纹端向外）和液管密封圈（锥端向外）后插到卡氏液瓶盖上拧紧。（注：卡氏液瓶内一端的白色聚四氟乙烯管要插到液面最下方。）

② 过桥管（图 5-6 中的②）两端分别安装在换向阀上左侧和泵头上端的安装孔内（出厂时已经安装好）。

③ 滴定管（图 5-6 中的③），一端安装在换向阀上右侧前面的安装孔内（出厂时已经安装好），带有迷宫的一端套好蓝色手拧接头（螺纹端向外）和液管密封圈（锥端向外）后插到滴定池上盖上拧紧。（注：滴定池内带有迷宫的一端要插到距液面最近处。）

2 出厂时已经安装好的部分请勿调整，以防漏液影响实验结果。

2 红色护套软管如果损坏，请立即更换或维修。

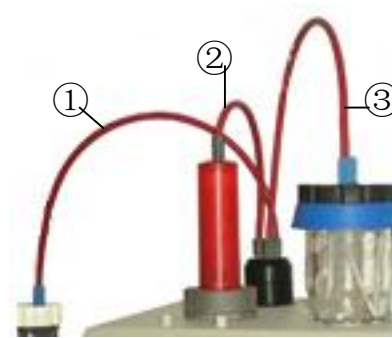


图 5-6

5-3-6 安装干燥剂管

如图 5-7 所示，先将干燥剂放入干燥管内，用干燥管封头堵住，再将管座安装在干燥管上。注：当干燥剂变色后应及时更换。

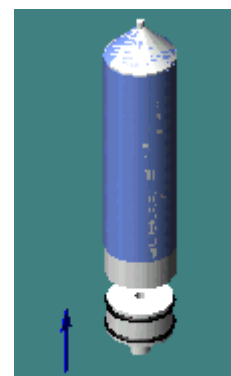


图 5-7

5-3-7 安装试剂瓶盖

将瓶盖与其配件如图 5-8 所示，按①→②→③→④→⑤的步骤安装在试剂瓶上。

- 1) 将瓶盖密封垫按缺口的位置安装在瓶盖内；
- 2) 将液管密封圈放在瓶盖上面的安装孔内（锥端向下）；
- 3) 将蓝色手拧接头套在液管上（螺纹端向外），再将液管插入密封圈内，用手拧接头拧紧在瓶盖上；
- 4) 将干燥管组件安装在瓶盖上的另一个安装孔内；
- 5) 最后将瓶盖拧在试剂瓶上。

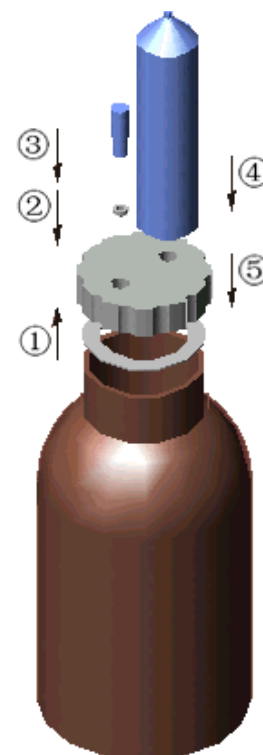


图 5-8

5-3-8 安装电极

将电极套上密封圈后，插到滴定池上盖的电极插孔（如图 5-5 上①的位置）中，再将电极导线的端头安装在仪器后面板对应的接口上。

注：电极的两个针脚要浸泡在滴定池溶液内。

5-3-9 电源连接

在确保仪器没有开机的情况下，将随机配备的电源线连接到仪器后面板下方的电源接口上，再将另一端插头插到室内电源（AC~220 V 50 Hz）插座上，并确保电源接地良好。

5-4 启动

在全部安装完成后，确认全部连接正确后，即可打开仪器电源开关，启动仪器。

第六章 仪器操作说明

6-1 搅拌

滴定溶液必须被充分混合以保证离子导电的恒定，而不是断续的、起伏的。这对于快速、准确的卡尔非休法滴定非常关键。在搅拌过程中，当溶液形成一个漩涡且无气泡产生时，既达到最佳搅拌速度。如搅拌过慢将使反应速度减缓且不规则，容易过滴；搅拌速度过快会在溶液中产生气泡，这也会影响最终检测结果的准确性。

首先，将仪器后面板上的搅拌开关扳向上，打开搅拌功能；然后观察搅拌子转动状态，如图 6-1 所示，调节仪器右侧的旋转开关，直至合适的搅拌状态。顺时针（面向时）方向为减小转动速度，逆时针方向为加快转动速度。

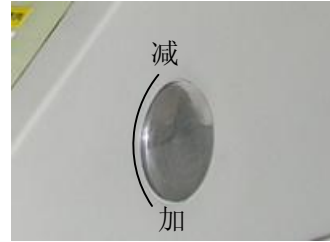


图 6-1

6-2 清洗

在待机状态下，按“清洗”键输入清洗次数（实际清洗次数为 $N-1$ 次），再按“确认”键确认，最后按“启动”键启动清洗程序。先用甲醇溶液清洗换向阀和泵头及液管，同时检查换向阀和泵头的工作状态，待滴定池内流入清澈的甲醇溶液时，按“复位”键返回待机状态；然后用卡氏液清洗换向阀和泵头及液管，待换向阀和泵头及液管中都充满卡氏液后，按“复位”键结束清洗过程，最后按排液按钮将滴定池内废液全部抽到废液瓶里。

6-3 参数设置

6-3-1 重量

在“重量”键下有如下几个设定参量：检品重量、批号、日期、打印方式和仪器类型。

- 1) 检品重量：单位 mg，取值范围 0~650.00，小数点后两位有效，修改后或默认按“确认”键。
- 2) 批号：有效值 8 位，最少 4 位。修改后或默认按“确认”键。
- 3) 日期：输入顺序为日、月、年，每次输入两位。如 04 年 02 月 18 日，先输入“18”，然后输入“02”，最后输入“04”，按“确认”键确认。
- 4) 打印方式：输入有效值为<0>或<1>。<0>为全部打印，即多组后打印；<1>为部分打印，即做 1 组打印一组。按“确认”键确认。
- 5) 仪器类型：有效值为<1>、<2>或<3>，<1>为微量水分测定，<2>为永停滴定，<3>为电位滴定，按“确认”键确认。

6-3-2 滴参

在“滴参”键下有如下几个设定参量：最小进给、极化电压、门限值、最大进给、延时时间、停止体积、含量单位、漂移值、进给速率和计算公式选择。

- 1) 最小进给：取值范围 0~0.999 ml，小数点后三位有效，按“确认”键确认。最小进给是指一次进给滴定液的最小进给体积；最大进给是一次滴定的最大进给量。仪器在滴定时自动判别，在没到终点时按最大进给，接近终点时转最小进给。使用中建议最小进给取 0.002 ml，最大进给为 0.06 ml。
- 2) 极化电压：取值范围 0~2560 mV，按“确认”键确认。极化电压是指加在双铂电极上的工作电压，较高的电压值可使最后的终点电压有明显的突跃，但电压升高到一定值后并没有更明显的突跃，反而使电极加快纯化。建议选用 50 mV。
- 3) 门限值：取值范围 0~4000 uA，按“确认”键确认。门限值(电流阈值)是滴定最后的终点电位值，当滴定电位接近此设定值时，仪器将转最小进给。建议选用 280 uA。
- 4) 最大进给：取值范围 0~0.999 ml，小数点后三位有效，按“确认”键确认。
- 5) 延时时间：取值范围 0~1000 秒，按“确认”键确认。延时时间是指当滴定过程中产生的电位大于门限值后所能保持的时间，此电位能维持所设定的延时时间即为测定的终点值。建议使用 10~15 秒。
- 6) 停止体积：取值范围 0~60.00 ml，小数点前后各输入两位值有效，按“确认”键确认。用于滴定进给大于停止体积时，仪器自动判断停止进给。
- 7) 含量单位：取值范围 1、2、3，用于不同输出单位换算代码，按“确认”键确认。1 表示单位为 mg；2 表示单位为 %(常用项)；3 表示单位为 ppm。
- 8) 漂移值：漂移值是指单位时间内进入滴定池中水的总量，此参数由仪器测定得出，不需输入。
- 9) 进给速率：用于滴定进给的频率设定。取值范围 1~120，一般设定为 30~60，值越小滴定速度越快。
- 10) 计算公式：计算公式选择有效值为<1>或<2>。仪器对样品称重设有两个量程，当称重≤650 mg时选择<1>，直接输入称重值；当称重>650 mg时选择<2>，并将称重值除以 10 后再输入。

6-4 空白

“空白”键为滴定空白时的执行键。在确认各项参数设置完成的情况下，按“空白”键仪器进入滴定，待卡氏液滴至滴定池内使系统处于无水状态后，仪器报警提示。（注：首次滴空白时，仪器最好在10分钟之后进入下一测定方式。并且当仪器两次报警后，再次达到空白状态时，仪器只有前面板上的指示灯闪烁提示，不再报警提示。）在不转入其它功能时，仪器实时处于滴空白状态，按“退出”键，仪器将转入其它功能测定。

6—5 漂移

“漂移”键是漂移测定时，仪器自动测定滴定池中单位时间内含水量的执行键。做完空白后，按“退出”键系统回到测定状态，再按“漂移”键仪器进行自动滴定。系统在平衡四分钟后报警，得出系统水份漂移的总量及平均每分钟的漂移量，并换算为 ul / 分钟（屏幕显示结果），即滴定单位时间内进入系统中水份的卡氏液用量值，此值参加最后重量计算。

为了获得正确的滴定结果，测定样品前漂移值应尽可能小而稳定，如果漂移一直很大，需要检查以下几个方面：

- 1) 实验室中相对湿度是否很大，是否气温降的太低却没使用除湿机；
- 2) 滴定池所有开口是否密闭；
- 3) 卡尔非休试剂是否高度稀释或被升温。

6—6 标定

漂移值测定后，仪器为保持滴定池内实时处于无水状态将自动转入滴空白，在平衡一两次后，按“退出”键系统回到测定状态，再按“标定”键，此时仪器提示输入检品重量，用微量进样器准确取得 5 ul (或 10 ul) 去离子水注入滴定池内甲醇液面下，输入 0.005 mg (或 0.01 mg)，再次按“标定”键仪器开始滴定。标定完成后，屏幕显示出滴定液浓度，单位为 mg / ml。一般情况下需要进行 2~3 次标定，仪器将自动计算出每次结果，并显示所求出的均值。标定结束后，屏幕上将显示标定值，此时按“退出”键或再次按“标定”键仪器将显示所测的均值。注：输入水的重量值要取整数

用微量进样器标定卡氏液浓度时，必须遵守以下几点：

- 1) 不可以对进样器加热；
- 2) 必须使用长金属杆的进样器；
- 3) 进样器必须严格防水，不可有泄漏；
- 4) 你要把水快速从进样器中挤出的方法来除去进样器中的气；
- 5) 确定水的体积后擦掉针头上的水，用其它方法则注意不要将水从针头中抽去；

- 6) 进样器的针头要插到滴定池内甲醇液面下。

第七章 检测的基本步骤

7-1 检测前的检查

对于新仪器或仪器长时间不用后的初次启动时，首先要进行外观检查，看各部分安装是否正确；然后通电打开电源开关，检查液晶显示屏、按键等电器是否完好，机械部件是否工作正常，如有损坏或异常，请通知厂家派人检修，否则后果自负。确保无误后，再进行其它操作。

7-2 检测前的准备

7-2-1 清洗

新仪器或仪器长时间不用后的初次启动时，应对仪器进行清洗，保持系统的清洁（清洗过程见 6-2 清洗）。

7-2-2 空白

每天初次进行水份测定前或每次重新开机后，仪器都需要平衡掉系统中水份，此时必须进行滴空白。在不关机的情况下，如果不进行其它操作，仪器会自动进入滴空白来维持系统的无水状态，则不需再滴空白。

7-2-3 漂移

如果在一天的检测过程中，温度、湿度变化不大，则只需在第一次滴空白之后，进行一次漂移检测；否则要在每一次水份检测前进行漂移的检测。若一段很长时间内，温度、湿度没有大的变化，做一次漂移即可（推荐至少每周进行一次漂移检测）。

7-2-4 标定

初次使用或每次更换卡氏液时必须进行标定。如不需更换，每月也必须对卡氏液进行一次标定，以确定其滴定度的变化。

7-3 检测的基本步骤

7-3-1 加液

在各种准备工作都完成的情况下，按进液按钮往滴定池内注入 20 ml 左右的无水甲醇作为检测溶剂。

7-3-2 检测

仪器在做完空白、漂移、标定和滴参设定，并对样品进行称重后，即可进行样品测定。

按“重量”键，设置各项参数。如图 7-1：

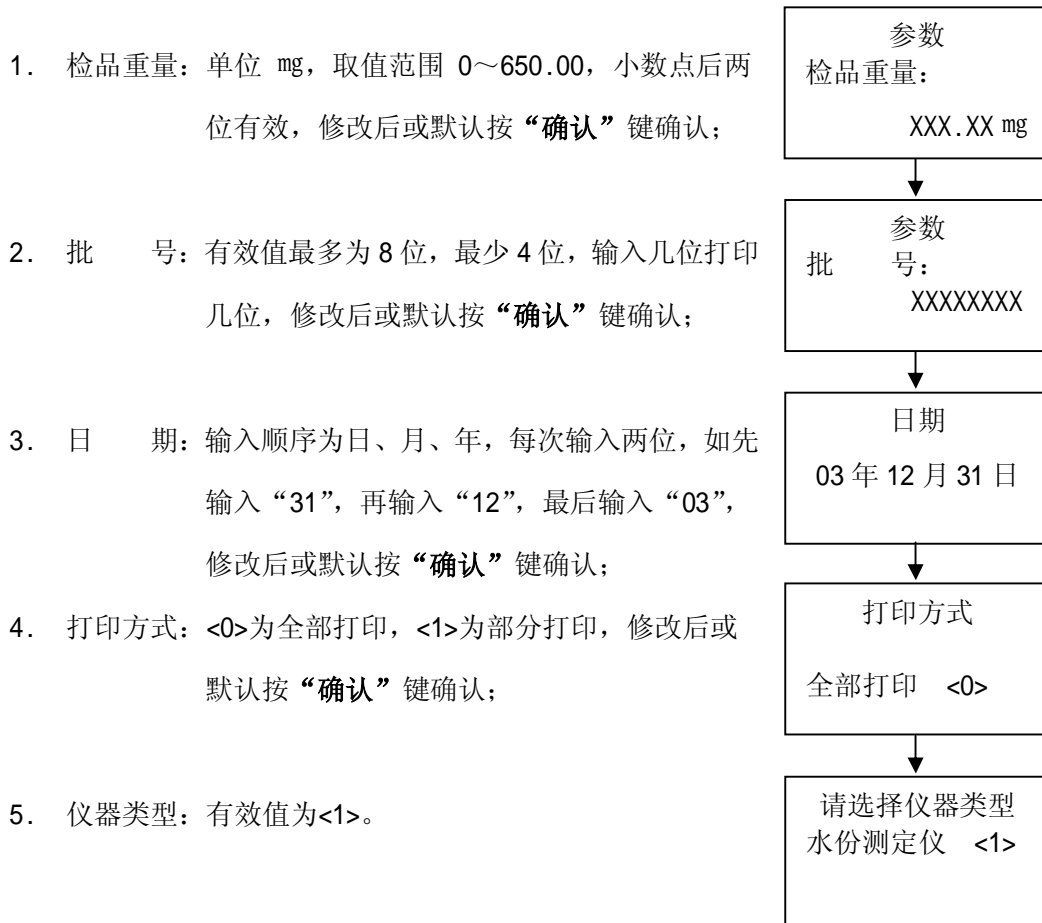


图 7-1

输入各项参量后，按“确认”键后退出，再按“重量”键，放入样品，输入样品重量，按“确认”键和“启动”键开始滴定，测定结束后，屏幕显示最终结果即为检品中水的含量。

计算公式为：

$$\text{含量} = \frac{(V - V_P) \times D}{G} 100\%$$

V：进给量

V_P：漂移量

D：卡氏液滴定度

G：检品重量

7-3 打印

如果打印方式选择<1>，单次滴定结束后，按“打印”键打印出结果，同时仪器自动返回滴空白状态；如果打印方式选择<0>，同一样品在检测 2~3（或更多）次后，也可按“打印”键出具报告。

第八章 成套性

全自动卡氏微量水份测定仪出厂时包括以下物品：

序号	名称及型号	单位	数量	备注
1	CBS-1A 卡氏微量水份测定仪主机	台	1	
2	喷墨打印机	台	1	赠送
3	安装使用说明书	份	1	
4	出厂合格证	份	1	
5	仪器配件	套	1	见配件清单
6	工具备件	套	1	见备件清单
7	装箱单	份	1	

第九章 注意事项及维护

9-1 试剂和电极的选用

9-1-1 试剂选用

在卡尔非休法滴定中，试剂的选用对最终的滴定结果有着巨大影响。目前被经常使用的试剂有单组份和双组份之分，也有含嘧啶和无嘧啶之分，另外还有用于醛酮的特殊试剂及含乙醇的 KF 试剂。单组份的试剂包括溶在甲醇中的 I_2 、 SO_2 、嘧啶(或碱性替代物)，甲醇为溶剂。由于单组分试剂不是化学稳定的物质，即使保存的很好，其滴定度也将每年下降 $0.5mg/ml$ ，所以该试剂一般可保存 2 年左右。双组分的试剂分 A 溶液、B 溶液，在使用前已 1:1 混和形成单组分滴定液使用。其 A 溶液是含 SO_2 和吡啶(无吡啶试剂可用其它碱性物质替代)的甲醇溶液，B 溶液是含 I_2 的甲醇溶液。这种试剂在存放过程中可保持很好的稳定性，并能加快滴定速度 2 倍以上。

9-1-2 电极选用

卡尔非休法滴定采用双铂电极。滴定过程中，在双铂电极的两根铂针之间加上一个极化的电压，由于溶液中只含有微量水与有机溶剂，所以双铂电极之间存在较高阻抗。当所有的水刚好与 I_2 反应完时，溶液中将会有自由碘，这种碘使电极去极化，双铂电极之间的阻抗发生突跃(减小)，当这种突跃的幅度足够大且维持一定时间后，滴定被中止。滴定终点的数值，在一定程度上与电极的选择有关，电极可以影响滴定终点的电位突跃，电极的面积与突跃成正比。

在含甲醇的试剂中，建议使用双铂针电极，针长 3-4mm、针直径 1mm。

被涂覆污染的旧电极或极短的电极将导致较长的滴定时间和较差的重复性。被涂覆、污染的电极可用丙酮溶液清洗。

9-2 滴定中的注意事项

在滴定过程中仍有许多需要注意的因素：

1) 溶剂：对卡尔非休法反应来说，为了确定样品的含水量，样品中的水份必须释放出来，即样品要可溶，反应才能进行，你必须使用不同的溶剂来达到目的。反应在甲醇溶液中进行时 I_2 与 H_2O 的化学计量比为 1:1，在非醇溶液中 I_2 与 H_2O 的化学计量比为 1:2，因此醇类(最佳选择为甲醇)是不可缺少的溶剂。溶剂中的水份含量越少越好，否则会造成卡氏液的浪费。溶剂的溶解或萃取容量是卡尔非休法滴定中的一个反应限量，当容量被耗尽，意味着溶剂不能使样品中的水份完全释放出来，这样将得不到正确的滴定结果，因此需要经

常更换溶剂。

2) 样品的获取：取用样品进行测定，必须严格防止样品与周围环境进行水份的交换。样品与周围环境间的水份交换是造成误差的最普遍原因。这将使样品的水含量在测定过程中不断变化，最终无法获得样品中水份的真实含量，取样时应遵守以下规则：

- 2 所取样品应含有全部样品的平均含水量，对于非极性的固体或液体可通过均匀大量取样或摇匀使之充分混合的方式来保证获得合适的样品。
- 2 样品的获取及处理要迅速，以减少可能发生的吸水或脱水。尤其是含水量很低的样品，他们经常是具有高吸湿性的。
- 2 滴定所用样品的量与最终结果的准确程度有很大关系。对于滴定而言每份样品含水量最合适的值应与标定时间的用水量相等。滴定的准确度随样品量的增加而提高，但样品会有吸水或脱水的可能，更大的加样并不能明显的提高滴定的准确度。对于含水量低的样品，即含水量小于 1000 ppm 的样品，你应该使用低浓度的滴定剂，并加大样品量以提高每份样品中水的含量。

3) 温度：卡氏液中含 90 % 的甲醇，其体积随温度的升高而增大，而卡氏液浓度就相应下降，每升高 1℃，滴定剂的浓度下降 0.1 %。

4) 副反应：活性羰基化合物与甲醇作用可产生缩醛或缩酮与水干扰水分测定。对于这样样品的测定，即使使用特殊的溶剂，副反应仍会发生。建议不要使用大量样品进行测定，并经常更换溶剂。

- 2 与水反应：在醛与 SO₂ 存在时，双亚硫酸加成，水被消耗掉。这种情况下，加入样品后要立即开始滴定。在双亚硫酸加成前，水即被滴定完。
- 2 有机酸与甲醇易起酯化反应。建议快速滴定并使用等当量无水甲醇与吡啶为溶剂。
- 2 与 I₂ 反应，I₂ 能与易于被氧化的样品反应，如 SO₂、抗坏血酸、过氧化物等。可通过温度的变化来控制测定的进行。
- 2 溶剂中甲醇过量或不足会引起副反应。当甲醇不足时，亚硫酸吡啶与水反应使滴定结果不准确；当甲醇过量时，会使体积消耗过多影响测量结果。

建议使用 20~40 ml 甲醇作为滴定的溶剂。

9—3 维护

本仪器在出厂前已进行完系统的调整，用户只需按使用说明书的要求进行日常维护。

1) 仪器在不用时，应将仪器泵头、换向阀、滴定池、电极和液管等与溶液接触的部件

用无水甲醇清洗干净，以防防止滴定管头析出结晶以致堵塞；

- 2) 仪器存放环境要符合技术指标。

第十章 运输与保管

仪器用塑料袋包装好后，装入纸箱内封扎。托运时外面应再用木箱包装。仪器在托运、运输过程中，应防止磕碰、雨淋，切勿倒置。仪器应存储在温度为 5 ~ 40 °C，相对湿度不大于 65 % 的房间内，仪器周围不得有强磁场，空气中不得有腐蚀性气体和易燃气体。

第十一章 产品保证

在遵守保管和使用规则的前提下，自本公司给用户启动仪器之日起 14 个月内，产品因制造质量不良而发生损坏或不能正常使用时，本公司将无偿为用户更换或修理（不包括易损件）。

第十二章 附录

测定仪采用一体机模块化设计，整体分为机械、电器和配件三大部分。其中，机械部分由壳体、传动、泵头、换向阀、磁力搅拌、气泵、换向阀安装架和滴定池支架八个部件组成；电器部分由电源、主板、驱动板、变压器和前面板五个部件组成；配件部分包括电极、试剂、滴定池、试剂瓶和干燥筒及附属的液管、气管等。各部件安装简便，容易维护，让您的工作变得更加轻松。

12-1 工具备件

1、六角扳手



2、十字扳手



3、一字扳手



12-2 仪器配件

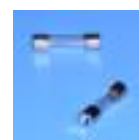
仪器配件中除基本配置外，厂家都备有库存。如日常工作中配件有损坏，均可与厂家联系订购。

12-2-1 基本配置

1、电源线



2、保险管 (2A)



3、双铂电极



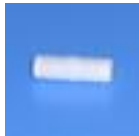






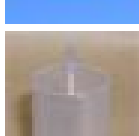


4、干燥剂



12-2-2 标准配件










标准配件为仪器出厂时的标准配置，是满足测定仪日常工作必备的配件。

名 称	部件号码	图 样
1、换向阀与泵头组件	0100-0000	
2、滴定池	0106-0110	
3、搅拌子	0106-0016	
4、滴定池上盖	0106-0203	
5、滴定池密封垫	0106-0611	
6、滴定池支架	0106-0309	
7、试剂瓶	0109-0010	
8、试剂瓶盖	0109-0106	
9、试剂瓶密封垫	0109-1012	
10、干燥剂管	0109-0009	

名 称	部件号码	图 样
11、干燥剂封头	0109-0013	
12、干燥剂管座	0109-0208	
13、进样口与进样口盖	0106-0017	
14、进样垫	0106-1414	
15、电极密封圈 φ 11	0106-0904	
16、手拧接头（蓝色）	0109-0402	
17、手拧接头密封圈	0106-0405	
18、堵头	0109-0907	
19、固定座（前）	0102-2203	
20、固定座螺钉	0102-0009	
21、气管接头	0106-1008	
22、气管	0109-0019	

12-2-3 其它配件

其它配件是指仪器在使用过程中,由于人为或一些不确定因素有可能造成损坏或丢失的零部件。

名 称	部件号码	图 样
1、泵头部件	0103-0003	
2、柱塞部件	0103-0004	
3、换向阀部件	0104-0003	
4、滴定管	0106-0018	
5、过桥管	0106-0019	
6、进液管	0106-0020	
7、迷宫	0109-0703	
8、固定滑块扳手	0108-0901	
9、胶塞	0101-2201	

北京海淀潮声技术开发公司

地址：海淀区中关村东路 18 号财智国际大厦 B 座 1906 室

电话：010-82600156 82600157 82600158 82600159

传真：010-82600160

邮编：100083

<http://www.chaoshengbj.com.cn>

E-mail: shouhou@chaoshengbj.com

济南办事处

电话：0531-7910091

地址：山东省济南市经七路 516 号汇统大厦 B 座 1806 室（250022）

E-mail: csjn@vip.sina.com

西安办事处

电话：029-88414696

地址：陕西省西安市环城南路西段 33 号旺园大厦 B 座 906 室（710068）

E-mail: csxa@vip.sina.com

南京办事处

电话：025-83205462

地址：江苏省南京市鼓楼区二条巷 10 号三单元 107 室

E-mail: scnj@vip.sina.com

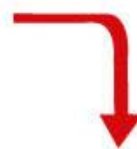
华南办事处

电话：020-38803221

地址：广东省广州市天河北路 415 号 301 室(510620)

以诚信为本，以不断满足客户需要为已任

如有技术问题我们热诚的为您解答



如需我们帮助48小时竭诚为您服务!

您的微笑是我们的骄傲



技术信箱: shouhou@chaoshengbj.com