

激动人心的新技术

CBS-2A 全自动卡氏微量水份测量仪

使用说明

Ver 1.0.1

全自动卡氏微量水份测量仪

使用说明

© 北京潮声公司

北京海淀区中关村东路 18 号财智国际大厦 B 座 1906 室

电话 010-82600156/57/58/59 • 传真 82600160

目录

| | |
|-------------|------------|
| 引言 | 1 |
| 用途 | 2 |
| 检测原理 | 2 |
| 工作原理 | 2 |
| 仪器特性 | 3 |
| 主要功能 | 4 |
| 技术指标 | 4 |
| 安全措施 | 5 |
| 安装启动 | 7 |
| 检查仪器及验收 | 8 |
| 放置 | 8 |
| 仪器系统介绍 | 8 |
| 仪器主机介绍 | 9 |
| 操作说明 | 14 |
| 仪器操作说明 | 15 |
| 参数设定 | 16 |
| 查询 | 18 |
| 清洗 | 19 |
| 空白 | 20 |
| 漂移 | 21 |
| 标定 | 22 |
| 测量 | 24 |
| 其他 | 27 |
| 成套性 | 28 |
| 注意事项及维护 | 29 |
| 运输与保管 | 35 |
| 制造商保证 | 36 |
| 附录 | 错误! 未定义书签。 |

第 1 章

引言

本章节主要通过介绍 CBS-2A 测量仪的用途、原理和特点等,让您了解 CBS-2A。

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-2A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。

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：

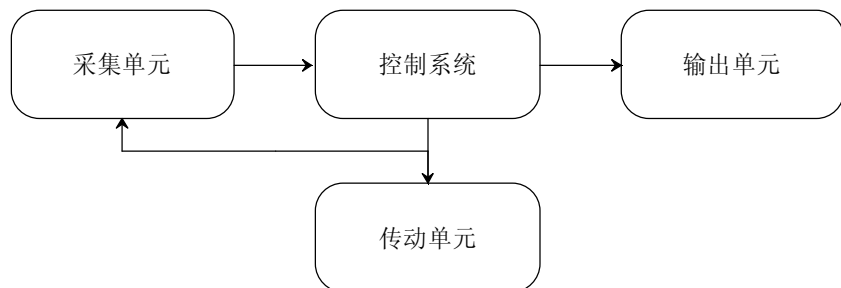


就容量滴定而言，碘是作为滴定剂加入的。

工作原理

CBS-2A 全自动卡氏水份测定仪（以下简称测定仪）该仪器依据卡尔费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：



仪器特性

仪器安全的实验环境

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。

全中文触摸屏操作，自动化程度更高

仪器采用 4.3 英寸彩色触摸屏，使用户在操作仪器时更加简便明了。仪器具有实时监测，自动进给功能。使之，实时有效的除去侵入滴定池内的微量水份。在使用仪器时要按照操作说明输入各相关参数启动仪器，即可完成测试试验，一个样品的测试时间在 10 几秒至几分钟之内即可完成，并打印出测试报告。

仪器测定结果准确，重现性好

仪器滴定池采用高度密闭，保证了测量结果的准确性和可靠性，滴定漂移值低，仪器可以测出 0.15~500 mg 的微量水份值。

被测试样可以是液体、固体、及糊状物

主要功能

全自动检测微量水份含量

自动吸液及排废液

可保存并打印检测报告

技术指标

信号采集分辨率：10⁻⁶ A

重现性：±0.02

最小进给量：0.00125 ml (1ul)

滴定速率：1 ml/s

结果显示单位：% ppm

灵敏度：10 ppm

显示方式：彩色触摸屏中文显示

环境温度：5 ~ 40 °C

环境湿度：< 65 % (避免露状天气)

检品量程：0.1 ~ 1000 mg

极化电压：0 ~ 100 mV

极化电流：0 ~ 2000 μA

工作电源：AC 220 V±10% 50 Hz±5%

主机重量：7.5 kg

主机尺寸：380×190×145 mm

滴定结果存储：50 组报告

安全措施

本仪器在出厂前已经过测试，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。

人身安全保护措施

- u 牢记电器使用常识
- u 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。
- u 不允许将任何东西放在电源线上。放置仪器时，应使仪器的电源线不被行人踩到。不要让宠物玩弄电源线、打印机电缆和电极导线。这些情况均可能引发危险事故。
- u 请勿在有爆炸危险的环境内工作！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的可能性）。



操作安全保护措施

- u 遵守随产品提供的说明书内的所有警告和使用说明。
- u 如仪器发生故障，请仅送至厂家或请厂家派专业维修人员进行维修。
- u 使用化学药品和溶剂时，请遵照制造商的使用指导和通用的实验室安全规范！
- u 如果不慎使皮肤接触了化学药品或溶剂，应立即用大量清水进行冲洗！
- u 如果不慎使眼睛接触了化学药品或溶剂，应立即用大量清水进行冲洗，并向医生求诊。
- u 请立即擦去溅在仪器上的液体！
- u 请排除以下环境影响因素：
 - ① 强烈震动；
 - ② 阳光直射；
 - ③ 环境湿度高于 80%；
 - ④ 温度低于 5℃或高于 40℃；
 - ⑤ 强大的电场或磁场。

保管好这些说明书。



第 2 章

安装启动

本章节主要介绍 CBS-2A 安装和启动的方法。

检查仪器及验收

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。

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。

仪器系统介绍

测定仪器系统包括仪器主机、搅拌器、气泵系统、打印机及配件组成

仪器主机介绍

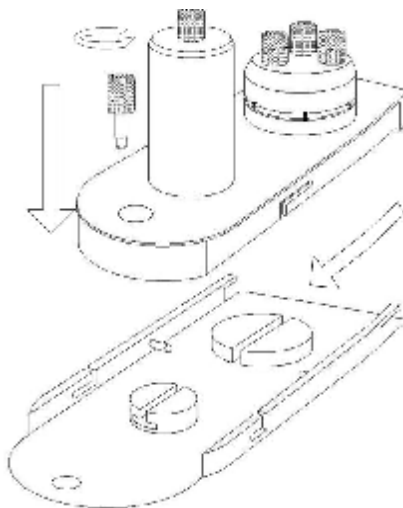
仪器主机包括液晶触摸屏、泵头及后面板各种接头组成。

液晶触摸屏介绍

仪器液晶屏采用 4.3 英寸的真彩触摸屏，各操作界面已内置程序中，由用户点击相关参量来实现功能操作。如：开机后仪器先检工作状态，泵头自动回零后（用户在这时可以装卸泵头），触摸屏变换字符“运行”，提示自检成功，按“运行”键，仪器进入下一操作界面。

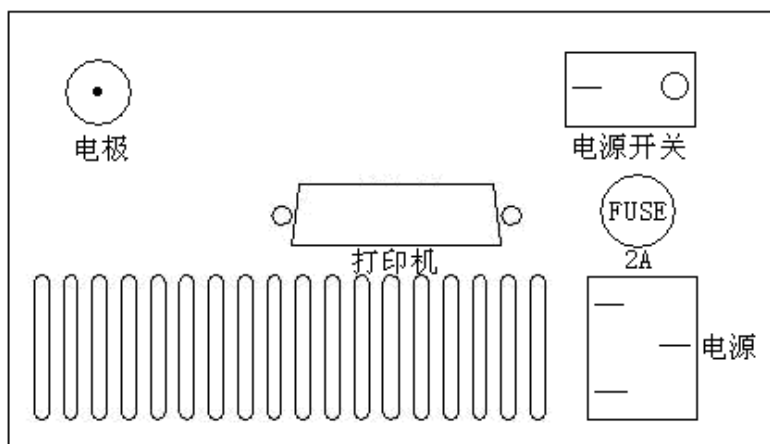
泵头部分介绍

泵头为整体组装，包括三通阀、活塞管及三条聚四氟管、相互联系。客户一般不要拆卸，避免漏气而产生气泡。



仪器主机后面板介绍

- 1) 电源线接口: AC~220V 50Hz
- 2) 电源保险: 2A
- 3) 电源开关
- 4) 水份测量电极接口
- 5) 打印机接口



气泵与搅拌 (见图)



气泵介绍

气泵上有两孔，分别连接甲醇及废液瓶上干燥管。甲醇瓶上为进气管，废液瓶上为吸气管，工作时按住气泵上对应的开关，使甲醇流入滴定池或者废液从滴定池流入废液瓶。

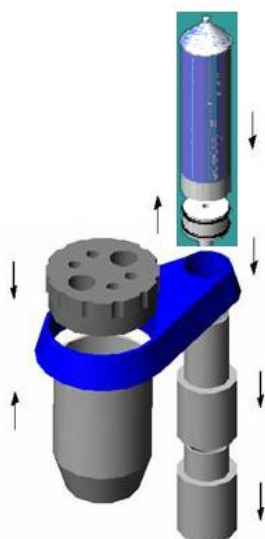
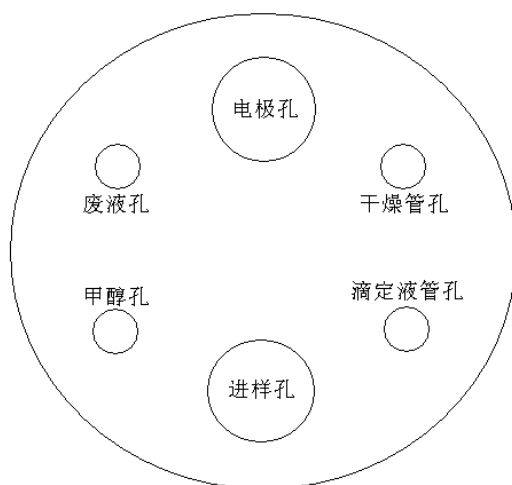
搅拌装置介绍

滴定池由铝管固定在搅拌器上，搅拌器由磁力搅拌电机与按键式调速开关组成。按住 \oplus/\ominus 调节搅拌速度，一般以调节到有漩涡无气泡为宜。

搅拌器外接稳压电源与搅拌器圆孔相连，气泵与搅拌装置后面板上电源插口及开关仅对气泵工作，与搅拌装置无关。

滴定池介绍

滴定池为带盖密封池，盖上分别有各种连接孔。各孔除进样孔和电极为锥形自紧孔外其余各孔均有密封圈手动锁紧接头。干燥管孔上有橡胶管连接干燥管。安装方法如图所示。



溶液瓶与干燥管的连接

本机配备三个溶液瓶，大白瓶为废液瓶，盖上两孔中，其中一孔连接液管与滴定池上废液口相连，另一孔安装干燥管与气泵吸气管相连。其中另两个小瓶，其一为卡氏液瓶，安有两孔，一孔为泵头进液管，另一孔为干燥管相连，干燥管与外界相通；另一瓶为甲醇瓶，盖上一孔连接液管与滴定池上甲醇口相连，另一孔装干燥管与气泵进气管相连。

以上各液管或气管连接处均有密封圈与手动接头相连，各系统均处于密封状态，否则影响进排液。

注：当干燥剂变色后应及时更换。



第 3 章

操作说明

本章节主要介绍 CBS-2A 安装和启动的方法。

仪器操作说明

仪器开机完成自检回零后，触摸屏上显示“运行”意为仪器自检正常，点击“运行”键后，转入主菜单。



主菜单的上面四个键和清洗键为功能键

以“清洗” — “空白” — “漂移” — “标定” — “滴定”为序进行执行步骤。

“参数”键为以上步骤执行过程中所需要的各种参数。

“查询”键为滴定结果显示及报告输出。

参数设定

点击“参数”键，进入参数设置界面。



日期：用户点击“日期”键可完成日期的输入确认和清除修改的功能，确认后返回原界面。



图 1

批号：用户点击“批号”键可完成检品批号的输入，输入位数 8 位，输入有误时点击“清除”重新输入，确认后返回原界面。设置界面如图 1 所示。

漂移：用户点击“漂移”键，可完成查看和修改漂移值的目的，确认后返回原界面。设置界面同图 1。

进给速度：微量水份仪在空白、漂移、检品滴定时内置三种滴定进给速度：快速（1）、中速（2）、慢速（3）供用户根据检品实际含水量的不同来选择，建议检品含水量大于 1% 时用快速，检品含水量在 1%~0.1% 时用中速，小于 0.1% 用慢速，确认后返回原界面。



极化电压：极化电压是用于电极工作的电流电压，用户可根据实际情况自己来决定，建议在 50~90 之间来选择，单位 mA，确认后返回原界面。设置界面如图 1 所示。

刷新时间：用于滴定液加入滴定池反应电位的维持时间，单位秒，出厂前设置时间位 10s，点击“刷新”时间，确认后返回原界面。设置界面如图 1 所示。

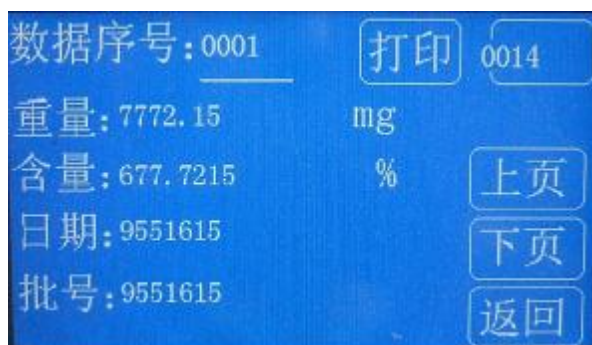
停止体积：为限制滴定中产生进给过冲，而设定的进液停止体积，范围 1~60ml，确认后返回原界面。设置界面如图 1 所示。

启动延时：设置启动延时时间，进入滴定先执行启动延时时间。设置界面如图 1 所示。

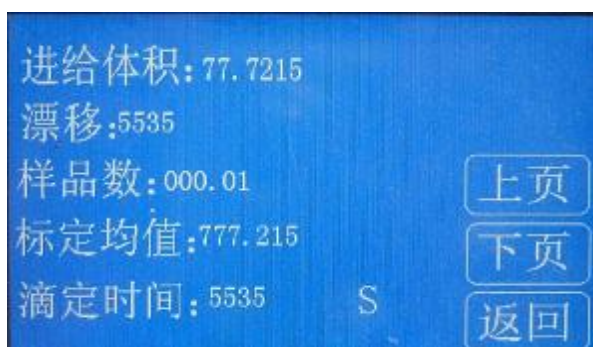
更换泵头：尚在开发中。

查询

仪器查询功能用于滴定检品结束后，查询滴定结果及打印所滴定完检品的报告结果，按数据序号可打印当前值和以前的报告值，序号 01 为当前值，02 以后为以前滴定结果，以后序号同理。按打印后仪器将自动返回滴定空白状态。所查询的值有检品重量、检品含量、日期、批号、漂移值、样品数（此值内定为 01）、标定均值、滴定时间，按‘返回’仪器返回上页菜单。



下页:



清洗

点击“清洗”键进入子菜单，选择清洗次数，“确定”返回即可。点击“开始”则自动清洗。

清洗具有两个目的：一是清洗泵头管路，二是使管路充满滴定液，排除空气。

空白

用户在做样品滴定前需对滴定池做空白滴定，使滴定系统处于无水状态后方可进行漂移滴定、标定及样品滴定。按“空白”键仪器自动转入空白滴定



体积：意为当前滴定所消耗卡氏液的体积（ml）数，当滴定完空白值仪器自动对所滴定量进行刷新。

漂移值：漂移值是在做完空白后，对滴定池系统测量每分钟所消耗的体积（ml）。

电位：仪器在滴定时，在滴定池中反应的电位值，开始为小电位，指示到 200mV 时，仪器停止滴定，电位高于 200mV 时，计时到 10s 仪器刷新进给体积值。

该页面下的标定、漂移和滴定为完成空白后切换到各个功能键，各功能完成后，仪器自动返回到空白状态。

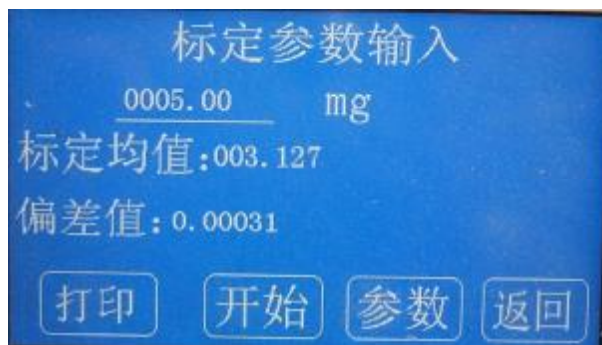
漂移

要求用户在做检测样品前，完成空白滴定后需要进行漂移测定。点击“漂移”键，进入漂移滴定，计时滴定4分钟（240s），仪器自动累计所消耗体积除4，得出每分钟的消耗值。



计时到达终点后仪器自动返回空白滴定，同时显示漂移值，并确认保存。

标定



标定是对所用的卡氏液浓度的测定一般是一个星期左右，对滴定液标定一次，点击“标定”键仪器进入标定参量输入，参数查询等功能，点击“开始”键仪器进入标定滴定。滴定过程中判停方式同空白滴定及漂移滴定，点击“标定参量”输入下面的数值可重新输入检品重量（设置界面如上图所示），点击“参数”键可查标定结果，如果用户在开机后不重新标定，仪器将默认原标定值。在标定完成时对所标定滴定结果点击“保留”变“删除”，将完成删除功能，按“返回”键重新计算标定结果，同时，重新标定时仪器将把原“删除”滴定结果替代，重新计算标定均值及偏差值。（参数设定见下图）



按返回键回到上一界面

按“开始”键，则进入到标定滴定页面。



标定计算公式:

$$\text{标定浓度} = \frac{W}{V - V_{\text{漂}}} \text{mg/ml}$$

5-8 滴定

5-8-1 滴定参数

点击“滴定”，进入参数设置界面。



- 1) 质量：检品重量。单位 mg。点击后可进行质量设定，设置界面如图 1 所示。
- 2) 启动：执行滴定功能，设置界面如图 1 所示。
- 3) 日期：可进行 8 位日期设置，设置界面如图 1 所示。
- 4) 批号：可进行 8 位批号设置，设置界面如图 1 所示。
- 5) 计算：尚在开发中。

测量



在参数设置界面点击“启动”，仪器自动开始滴定测量。

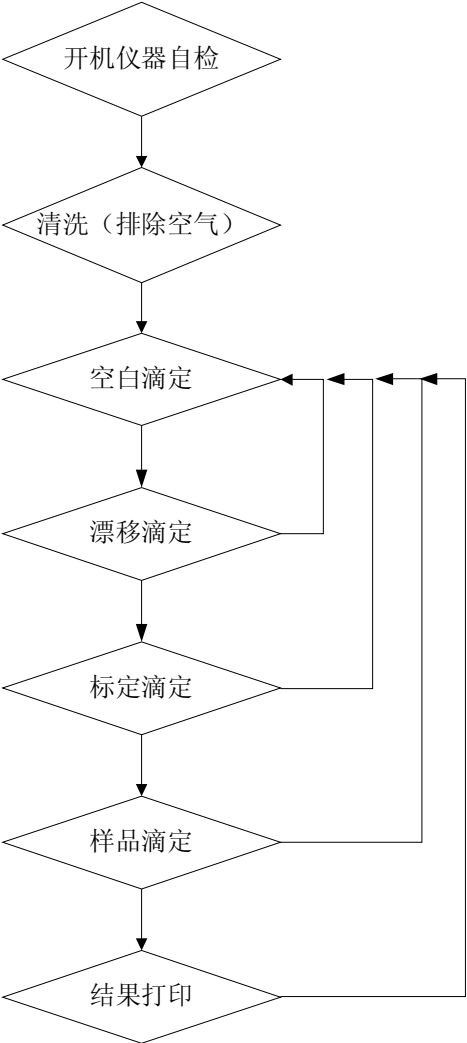
第一行：为即时滴定所消耗的滴定液体积

第二行：为即时滴定所检测到的电位（200mV 以上暂停滴定）

第三行：滴定过程所消耗的时间

滴定终点判定同空白、漂移和标定。

样品滴定顺序



注释：各种状态结束仪器将自动返回空白滴定。

滴定计算公式

$$\text{含水}\% = \frac{(V - V_{\text{漂}}) \times D}{G} \times 100\%$$

其中 V-为消耗卡氏液的量 (ml)

V-漂为漂移值

D-为卡氏液标定值 mg/ml

G-为样品的质量

第 4 章

其他

本章节主要介绍 CBS-2A 相关的一些其他事宜。

成套性

CBS-2A 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-2A 卡氏微量水份测定仪主机 | 台 | 1 | |
| 2 | 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 | |

注意事项及维护

试剂和电极的选用

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，也有含吡啶和无吡啶之分，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 、吡啶（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。

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。

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：

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 的化学剂量比为 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。

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：

- u 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。
- u 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。
- u 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。

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 %。

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份测定。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。

- u 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。
- u 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。
- u 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。
- u 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。

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。

- u 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，以从防止滴定管头析出结晶以致堵塞；
- u 仪器存放环境要符合技术指标。

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 ℃，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。






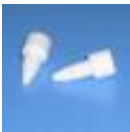
制造商保证

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）。

附录

仪器配件

| 名称 | 部件号码 | 图样 |
|-----------------|-----------|--|
| 1、换向阀与泵头组件 | 02-000001 |  |
| 2、滴定池 | 01-060101 |  |
| 3、搅拌子 | 01-061501 |  |
| 4、滴定池上盖 | 01-060201 |  |
| 5、滴定池密封垫 | 01-060601 |  |
| 6、滴定池支架 | 01-060301 |  |
| 7、试剂瓶（500ml，绿色） | 02-080001 |  |

| | | |
|------------------|-----------|--|
| 8、试剂瓶（1000ml，无色） | 02-080003 |  |
| 9、试剂瓶盖 | 02-080100 |  |
| 10、干燥剂管组件 | 02-080800 |  |
| 11、进样器 | 13-070701 |  |
| 12、进样垫 | 01-061401 |  |
| 13、电极密封圈 φ11 | 01-060901 |  |
| 14、手拧接头（蓝色） | 01-090401 |  |
| 15、手拧接头密封圈 | 01-060401 |  |
| 16、堵头 | 01-090901 |  |

17、气管

01-091701



18、锁定销钉

02-041601



19、针式打印机

00-000001

