

激动人心的新技术

CBS-A 系列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

序言	1
用途	2
测量原理	2
工作原理	3
仪器特性	4
主要功能	5
技术指标	5
安全措施	6
安装启动	8
检查仪器及验收	9
放置	9
电源	9
仪器系统介绍	11
仪器主机介绍	12
操作说明	18
仪器操作说明	19
主菜单	19
参数	22
滴定	25
报告	31
查询（尚在开发中）	35
自检（尚在开发中）	35
样品滴定顺序	36
其他	37
成套性	38
注意事项及维护	39
运输与保管	48
常见问题	49
附录 I 样品取样量参考	52
附录 II 部分样品类型水份检测方法参考	53
附录 III 服务条款	57
附录 IV 仪器配件	58

第 1 章

序言

本章节主要通过介绍 CBS-A 系列水分测量仪的用途、原理和特点等, 让您充分了解 CBS-A 系列水分测量仪。

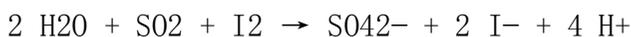
用途

卡尔·费休法是公认的高准确性检测水份的经典方法。CBS-A 系列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。

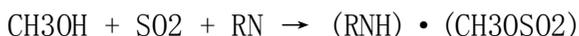
测量原理

卡尔费休法是一种定量测定液体和固体中的含水量的滴定测量法。卡尔费休滴定可以应用于各种领域，比如测定食品、化学试剂、药品、化妆品或矿物油中的含水量。

测定含水量时，二氧化硫和水与碘发生反应：



在二氧化硫中添加酒精（例如甲醇、乙醇），在预反应中生成一种酸性脂类，然后被碱类（如咪唑，以下用“RN”表示）中和：



烷基亚硫酸阴离子在有水存在的情况下被碘氧化为烷基硫酸盐。同时，棕黄色的碘被分解为无色的碘化物：



整个反应公式如下：



整个反应过程持续到全部的水消耗完毕，并在滴定溶液中检测到游离碘。在终点测定时使用双电压测量指示，即极化双铂（针）电极上的电位降低到一个特定值以下（例如 100mV）。



容量法水份测定

在卡尔费休容量法中，含碘的滴定剂被持续滴入到含水的样品中，转换出水份，并在滴定溶剂中探测出游离碘。滴定终点是利用双电压测量指示进行探测的。容量法卡尔费休滴定适用于含水量在 100ppm 至 100% 的样品。最佳探测范围为每个样品 10mg 水份。

进行卡尔费休滴定的最佳条件是 pH 值范围处于 4 和 8 之间。酸性和碱性样品应进行缓冲，酸性样品最好使用咪唑缓冲，碱性样品最好使用水杨酸。

滴定时加入以下两种普通的化学试剂：

a) 单组分试剂

滴定剂由碘、二氧化硫和咪唑组成。溶剂是甲醇。单组分试剂在使用时比较简单，且价格低廉。但滴定不稳定。

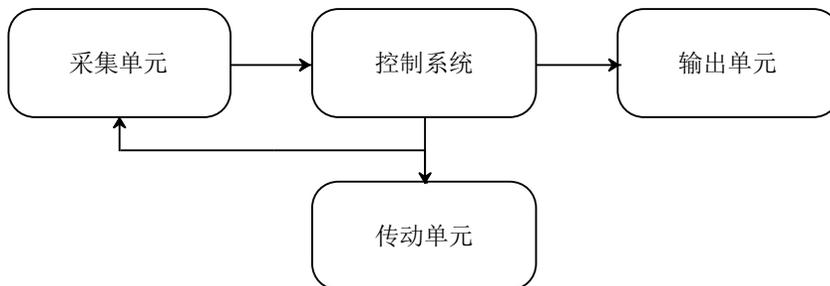
b) 双组分试剂

滴定剂是甲醇碘溶液。样品的溶剂包含二氧化硫和溶于甲醇的咪唑。利用双组分系统可以进行非常快速的滴定（比单组分试剂快二到三倍）。两种组分都能很好保存。这种试剂滴定稳定。但溶剂容量有限。

工作原理

CBS-A 系列全自动卡氏水份测量仪，依据卡尔费休容量法采用柱塞式滴定方法，由微处理器控制柱塞的滴定过程，通过双铂电极采集动态信号，自动判断滴定终点，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

CBS-A 系列水份测量仪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。

全中文触摸屏操作，自动化程度更高

CBS-A 系列水份测量仪采用 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，即可完成实验，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

CBS-A 系列水份测量仪的滴定池采用高度密闭结构，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 $0.1 \mu\text{g} \sim 500 \text{ mg}$ 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

- * 触摸式操作界面，彩色液晶显示屏。
- * 全封闭系统，避免环境水份的渗入，避免有毒试剂外逸。
- * 多种结果（水份含量，百分含量，PPM含量，卡氏试剂消耗量）显示。
- * 自动扣除漂移水分，确保分析结果准确。
- * 具有活塞等多种专利设计，增加使用寿命，减少维护成本；
- * 仪器附带微型热敏打印机，可随时打印分析报告。
- * 仪器运行平稳，低噪音。

技术指标

分辨率：0.1 μg

滴定管精度：1/8000

重现性： $\pm 0.005\text{ ml}$

最小进给：0.001 ml

最大速率：0.5 ml/s

检测精度：1 μg

结果显示单位：% ppm

显示方式：彩色触摸屏中文显示

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 $\pm 10\%$ 50 Hz $\pm 5\%$

主机重量：7.5 kg

主机尺寸：380 \times 190 \times 145 mm

滴定结果存储：100 组报告

安全措施

本仪器已经过相应操作说明中规定的各种试验和目的的校验。这并不意味着您无需对我们产品的相关方法和用途适用性按相关标准重新执行校验的责任。但在使用本产品时请严格遵守下列安全措施。

有电击危险

- 只使用本仪器电源。检查、维修或保养前，请关闭电源
- 确保本机使用的电源插座接地！否则可能产生致命的后果。

爆炸危险

● 本仪器将使用易燃易爆试剂，仪器外壳并不密封，侵入气体后可能因火花形成而产生爆炸危险，在操作和储藏时需避开火源、火花或高温！

腐蚀危险

● 确保滴定杯始终牢固地固定在滴定架上！在操作有毒的滴定剂、溶液或强酸强碱时，如果洒出，将有可能对操作人员造成伤害。

● 使用化学品和溶液时，请遵照制造商说明和实验室安全总则进行操作！所有卡尔费休试剂都是易燃且有毒的。

- 接触到皮肤时立即用大量的清水冲洗！
- 接触到眼睛时立即用大量的清水反复冲洗并向医生求助！

安全操作措施 小心！

- 只允许北京潮声仪器维修部门维修本仪器电路及机械结构！

- 立即擦干任何溅出的液体！该仪器不防水。
- 因部分器件可能发热，请每连续使用12小时必须关机2小时以上方可继续使用！

- 消除以下环境影响因素：

- 强烈振动、
- 阳光直射、
- 空气湿度大于 80%、
- 温度低于 5 °C或高于 40 °C、
- 强电场或磁场！



第 2 章

安装启动

本章节主要介绍 CBS-A 系列水份测量仪安装和启动方法。

检查仪器及验收

开箱后，先取出各种配件和工具，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。

 北京潮声提供多种型号的水份测量仪。型号不同，标准配置有所不同，根据不同应用选配件也有差异。因此安装步骤会有所偏差。若在安装方面有任何疑问或不清楚的地方，请和北京潮声公司技术服务部联系。
电话：010-62488453。

放置

CBS-A 系列水份测量仪应放置在水平、坚实、无震动，宽度至少 50cm，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。

电源

连接电源前请确认安装环境中的电源电压、频率和功率，确认电压具有稳压电源电压必须是稳定在 (85~264)V 之间的某一值上，确认电源具有良好的接地，并选择好使用相应的保险丝。

编号	交流电(VAC)	保险丝(Amp)
1	100/120	3
2	200/240	2

请按您的稳压电源的输出电压（国内用户一般为220V，也可用调压器调到表中电压）并依据上表来确定您的仪器所需的保险丝大小。

确保电源电压的保险丝的容量符合上表要求，否则有可能因电源与保险丝的设定不当，引起仪器故障，甚至火灾，电击或损坏仪器。

1. 仪器所用电源必须有良好的接地



警告

若由于您的电源不符合要求而导致的任何损失，本公司将不负任何责任。

若对电源有疑问或有特殊的要求，请及时与供应商取得联系，以便及时有效地予以处理。请不要私下擅自改动，否则产生的一切损失，请自行承担。



注意

1. 连接电源线时，请将仪器电源开关置于“0”位置。
2. 取下电源时，请务必抓紧插头后从电源上拔下，不要用手拉动电源线使其脱落。
3. 不要将水与溶剂洒在电源插座上。
4. 电源线应理顺、放平，并远离热源、重物、防止烫伤、挤压。



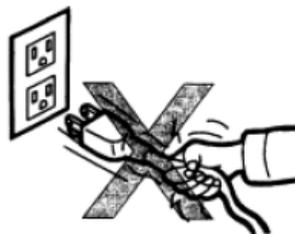
建议

电源如果没有良好的接地时，请选用自来水管作为大地人导线将水管与电源大地良好的连接起来。这样连接只要保证接触充分也是良好的接地方式。

2. 电源线的连接

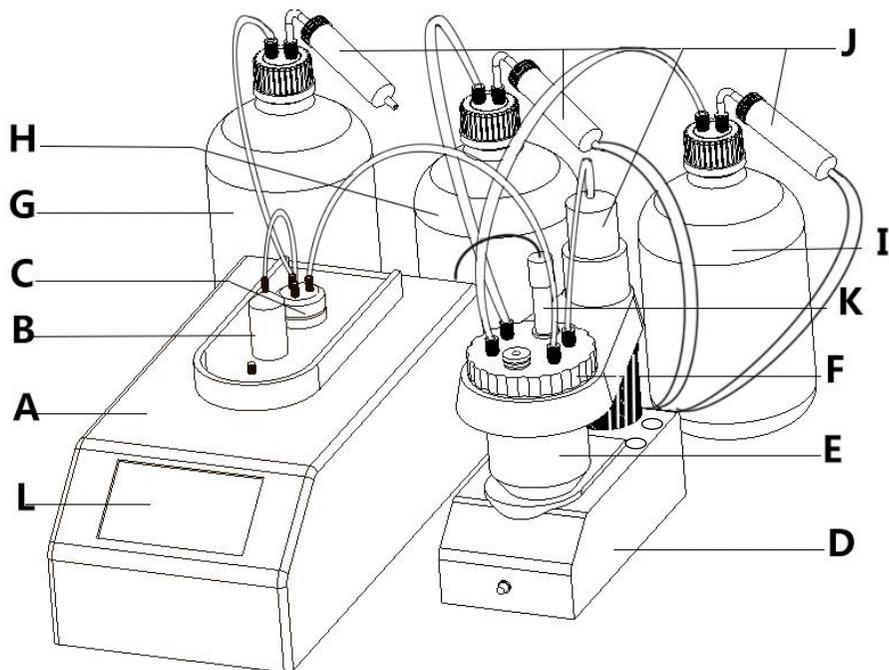
正确使用电源线，否则会引起电源线损坏、火灾、电击或损坏仪器。

- 不要将重物压在电源线上。
- 电源线要远离发热物品。
- 不要任意改动电源线。
- 不要过度弯曲或拉伸电源线。
- 从电源线插座上拔下电源线时，要拔插头，不要拉电源线。如果电源线损坏，请立即更换。



仪器系统介绍

CBS-A 系列水份测量仪系统包括仪器主机、搅拌器、气泵系统、打印机及配件组成。



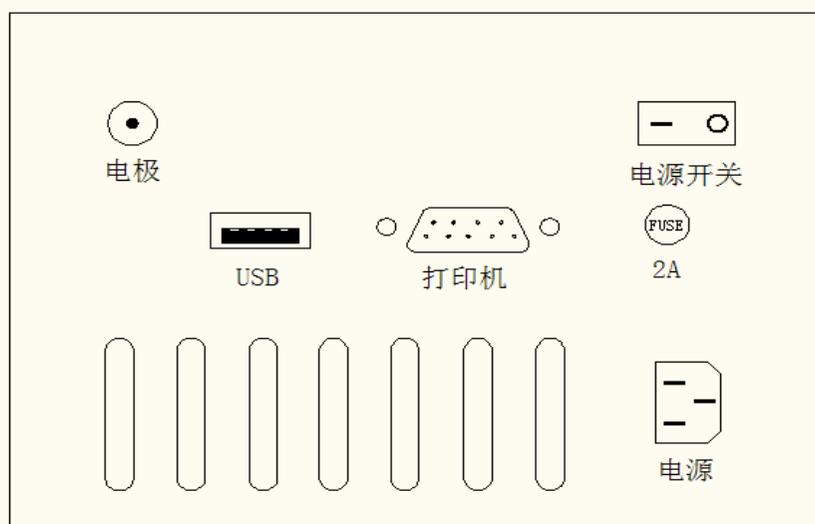
序号	名称
A	主机
B	滴定单元（泵头）
C	滴定单元（换向阀）
D	气泵与搅拌
E	滴定杯
F	滴定池盖
G	卡氏液溶液瓶
H	甲醇溶液瓶
I	废液溶液瓶
J	干燥管
K	双铂电极
L	4.2 英寸液晶触摸屏

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。

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



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。

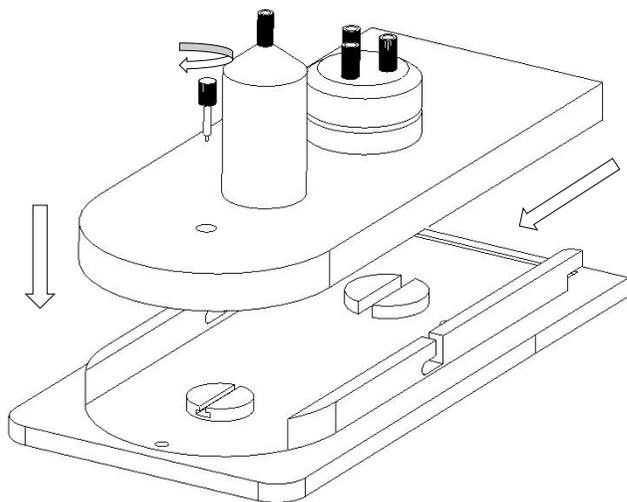
如：开机后仪器先进行自检，滴定单元自动回零后（用户在这时可以装卸泵头），触摸屏出现“进入”画面，按“进入”键，仪器能进入下一操作界

面，表示自检成功。

滴定单元安装

滴定单元整体组装，包括换向阀、滴定管及三条聚四氟液路管相互连接。客户一般不要拆卸，避免漏气而产生气泡。

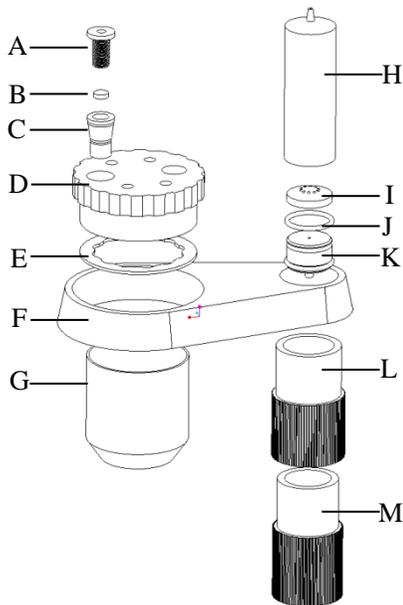
滴定单元安装如下图：



滴定池安装

CBS-A系列水份测量仪的滴定池是北京潮声具有完全知识产权的专用设备，经过长期完善测试，具有良好的密封性能，是一款非常出色的滴定仪器反应平台。用户的安装使用时必须严格遵循本手册进行操作、维护，以免影响产品性能。使用时请经常检查，对于消耗部件请及时订购补充。

滴定池安装示意图如下：



序号	名称
A	进样口上盖
B	进样垫
C	进样口下盖
D	滴定池盖
E	滴定池密封垫
F	滴定池架
G	滴定杯
H	滴定池干燥管
I	透气密封垫
J	O 型圈
K	干燥管底座
L	上立柱
M	下立柱



注意

- 滴定池的密封程度将影响测定结果，安装时确保瓶口无异物，密封圈保持干净平整。
- 本结构中的滴定杯，密封圈，滴定池支架，加样塞，进样垫等均不属于保修范围，请用户在使用过程中注意保护。

试剂瓶安装

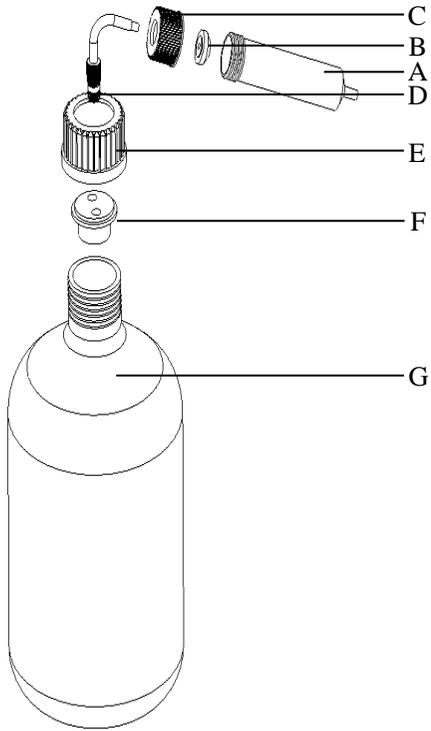
CBS-A系列卡尔费休水分测量仪的试剂瓶采用北京潮声仪器的专用瓶盖，其具有良好的密封性能，专为北京潮声仪器的自动滴定仪器设计。用户的安装时请检查瓶盖、密封圈及干燥管的完整性，使用损耗后北京潮声公司有相应的订购服务。

仪器配备三个溶液瓶，白色瓶为废液瓶，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拧接头相连，各系统均处于密

封状态，否则影响进排液。

溶液瓶安装示意图如下：



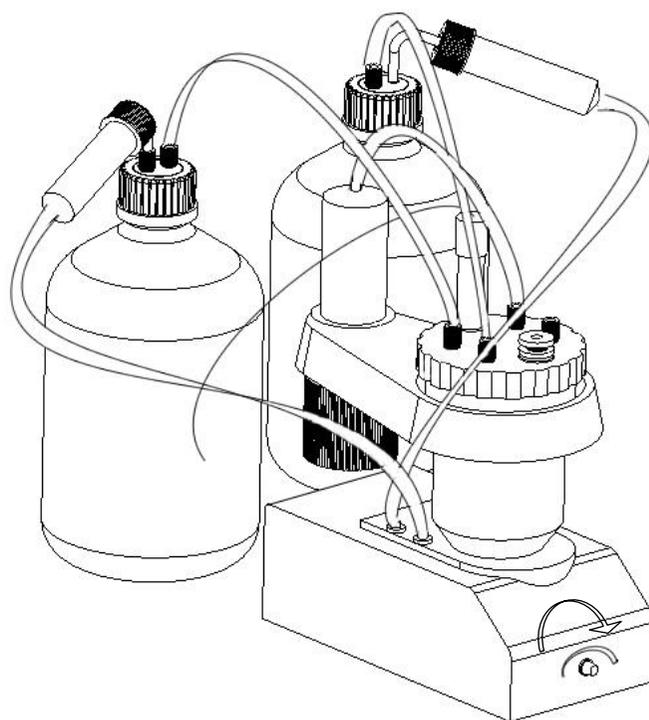
序号	名称
A	干燥管
B	干燥管密封垫
C	干燥管盖
D	连接管
E	溶液瓶盖
F	溶液瓶密封垫
G	溶液瓶



注意

- 试剂并安装时一定要确保密封圈的正确安装，否则会漏气，导致不能正常吸液！
- 当干燥剂变色后应及时更换。
- 本结构中所有物件均不属于保修范围，请用户使用时注意保护部件！

管路连接



气泵介绍

气泵上有两路气孔，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。

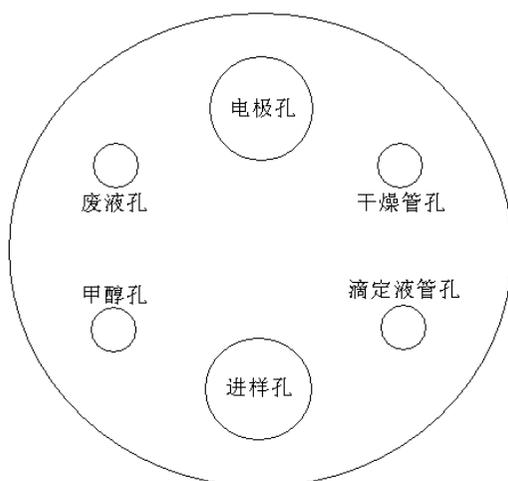
搅拌装置介绍

滴定池由支架固定在搅拌器上，搅拌器由磁力搅拌电机与旋钮式调速开关组成。一般以调节到有漩涡无气泡为宜。

搅拌器外接 12V 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控制气泵工作，与搅拌装置无关。

滴定池接口说明

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拧接头。干燥管孔上有橡胶管连接干燥管。安装方法如图所示。



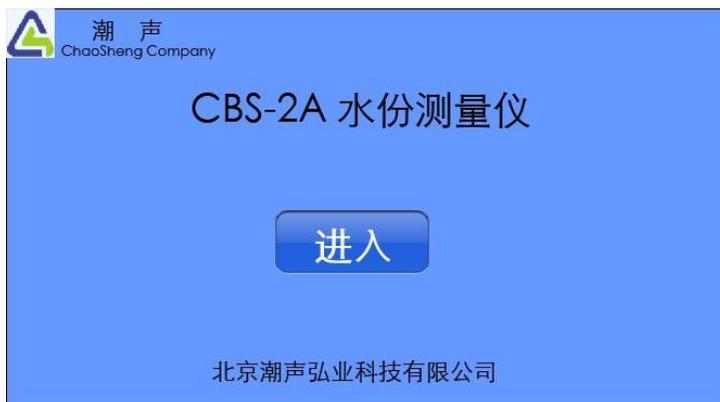
第 3 章

操作说明

本章节主要介绍 CBS-A 系列水份测量仪的操作方法。

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“进入”键后，转入主菜单。



主菜单



“主菜单”页面分为状态区和功能区。（其他页面同理）

状态区：

按键	名称	功能
	主菜单键	高亮显示时为返回主菜单功能。
	状态栏	显示当前工作状态。
	运行键	高亮显示时为标定、测定状态的运行功能。
	停止键	高亮显示时为当前工作状态的停止功能。
	返回上级键	高亮显示时为返回上级菜单功能。
	打印键	高亮显示时为打印功能。
	帮助键	为提示页面信息功能。

表 3-1-1

功能区：

按键	名称	功能
	清洗键	为泵头液路部分清洗功能。
	参数键	为输入相关参数功能。
	滴定键	为测定样品功能。
	报告键	为报告查询并打印功能。
	查询键	为查询滴定过程功能。(尚在完善中)
	自检键	为仪器自检功能。(尚在开发中)

表 3-1-2



注意

- 所有操作页面中工具栏区按键显示为灰色状态时，表示该功能键不能使用。

清洗

点击“清洗”键，进入清洗页面。

本仪器首次使用或者在用户拆洗维护后使用时，由于管路及滴定单元中并无试剂，同时滴定池、管路中可能存有残留水份，需要进行“清洗”操作，以使管路及滴定单元中充满卡尔费休试剂，同时去除管路及滴定单元中残留水份并排出管路中的气泡。此过程主要目的是吸入卡氏试剂到管路中及滴定单元中。



注意

- 在清洗操作前必须检查仪器管路连接正确无误，各连接部中无漏气、漏液可能，否则将导致漏液，可能损坏仪器部件。
- “清洗”可进行滴定单元部分的充液和排空功能。



状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

清洗次数：输入清洗次数。（“CLR”为清零键）

当前次数：显示当前清洗次数。

参数

点击“参数”键，进入参数页面。包括运行参数与系统参数。

运行参数：主要进行滴定控制与终点判断的相关参数设置；

系统参数：主要进行仪器系统相关参数设置；



运行参数

状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

滴定速率：选择滴定速率，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。



注意

用户采用不同容积的滴定单元时，其滴定速率的滴定体积也会各不相同。如下为 5ml 滴定单元的滴定体积：

- 快速：0.00625~0.02ml；中速：0.005~0.0175ml；慢速：0.005~0.015ml

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 50~200 之间进行设置。

刷新时间：用于滴定液加入滴定池反应电位的维持时间，范围 1~20，建议设置为 10。

停止体积：为限制滴定中产生进给过充，而设定的进液停止体积，范围 1~30ml。

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。范围 0~900。

注意：点击对应参数名称按钮，即可进入键盘页面进行输入，如图 3-1。
“确定”保存输入结果并返回上级页面，“CLR”可将输入清除。

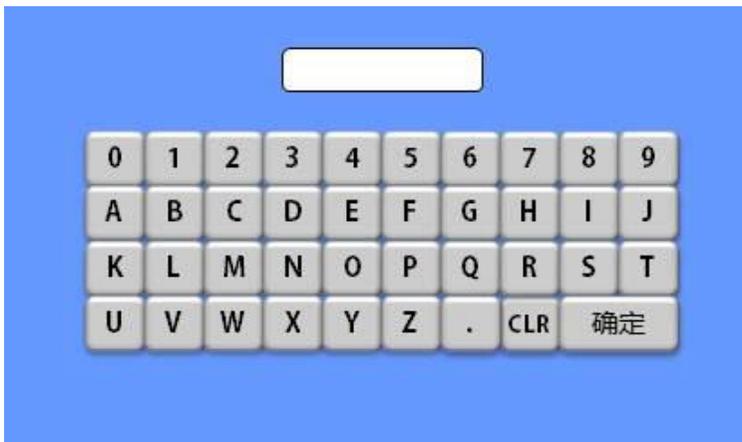


图 3-1

系统参数



状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

泵头系数：仪器配套滴定单元的补偿系数，更换滴定单元需重新输入。



注意

- 泵头套件编号格式为03150#2A-***（见泵头套件黄色标签），输入即3150即可。

计算系数：仪器报告公式计算补偿系数。（尚在开发中）

注意：点击对应参数名称按钮，即可进入键盘页面进行输入，如图 3-1。

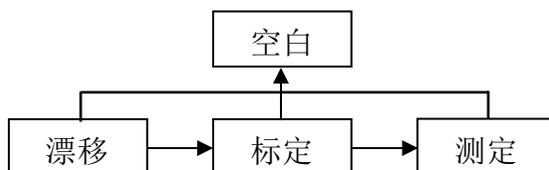
“确定”保存输入结果并返回上级页面。

滴定

点击“滴定”键，进入滴定页面。主要用于测定样品。



滴定操作流程如下：



注意

- 滴定池中，为确保抑制卡尔费休反应中的逆反应，无论何种情况下，滴定池溶液中的甲醇比率应不少于25%。

空白

点击“空白”键，可进行空白滴定。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、标定及样品测定。

滴定完成后，在右侧显示“空白完成”，并伴随3次报警声。



状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

体积：显示当前滴定体积。

电位：显示当前电位。

漂移：显示当次漂移值。

注意：如需手工输入，请点击该名称按钮进行输入。

时间：显示当前滴定时间。

标定：显示卡尔·费休溶液标定均值。

注意：可在“标定预览”中进行手工修改，参照“报告”。

漂移

点击“漂移”键，可进行漂移滴定。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。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，自动计算每分钟的消耗体积。滴定完成后，在右侧显示“漂移完成”，并伴随 3 次报警声，随后自动转入空白滴定。



注意

- 漂移最低要求1次/3天
- 因为漂移与滴定单元容积、滴定速率、延时时间有关，所以，当用户采用不同容积的滴定单元和滴定速率时，漂移应满足实验的要求也不相同。具体漂移值的满足条件，可参照下表：

滴定速率	延时时间 (S)	2.5ml滴定单元 (μ l/min)	5ml滴定单元 (μ l/min)	10ml滴定单元 (μ l/min)
快速	5	36	72	150
	10	18	36	75
	20	9	18	37
中速	5	30	60	120
	10	15	30	60
	20	7.5	15	30
慢速	5	30	60	120
	10	15	30	60
	20	7.5	15	30



状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

参照“空白”说明。

标定

点击“标定”键，进入键盘输入测量重量，“确定”后，点击“运行”键，可进行标定滴定。

卡尔费休试剂在使用之前需要测定已经含量标准样品以确定准确的滴定度，这一过程称为标定。卡尔费休试剂滴定度的单位是mgH₂O/mL，即1mL 滴定剂可以滴定水分的量。尽管卡尔费休试剂的滴定度会在试剂瓶的标签上标明，但卡尔费休试剂本身极不稳定，只要试剂瓶被开封，试剂的滴定度就会因为吸收环境水份一直降低。为了获得准确的结果，试剂标定过程是至关重要的。有三种标准物可被用于卡尔费休试剂滴定度的标定。

- 用去离子水标定
- 用固体标准样品标定
- 用液体标准样品标定

CBS-A系列水份测量仪可应用上述三种标准物来标定卡尔费休试剂。

1) 用去离子水标定

最简便的卡尔费休试剂标定方法是用去离子水(DI water)作为标准样品标定。

(1) 完成分析准备工作

(2) 输入样品量，建议每次进10mg 样品；

(3) 其它滴定条件无需改变，建议连续标定3 次，自动计算平均值。

2) 用固体标准水标定

二水合酒石酸钠由于含有稳定结合的水(通常为15.66%±0.05%)，可被用来作为水标准。具有标准物质证书的标准二水合酒石酸钠是可以买到的。

(1) 完成分析准备工作

(2) 设置快速进给，延时时间：20s；

(3) 输入样品量，建议每次进65mg 样品；

(4) 其它滴定条件无需改变，建议连续标定3次，自动计算平均值。

3) 用液体标准水标定

各种浓度的液体标准水都有商品化的产品可以买到。通常这些液体标准水物质的水份含量范围是100ppm 到5%。液体标准水通常是以安瓿瓶包装的，在标准物质证书中标明了准确的水分含量。由于这种样品可以用注射针穿过密封垫直接注射而不用将滴定池暴露于空气中的水份，因此无需进行漂移测试。



注意

- 标定是对所用的卡氏液浓度的测定。一般要求是每天实验时必须标定，最长时间可一星期标定一次。

- 标定计算公式：
$$\text{标定浓度} = \frac{W}{V - V_{\text{漂}}} \text{mg/ml}$$

标定		运行	停止	←	→	?
空白	体积	<input type="text"/>	ml	标定1		
漂移	电位	<input type="text"/>	mv			
	漂移	<input type="text"/>	μl/min			
标定	时间	<input type="text"/>	S			
测定	标定值	<input type="text"/>	mg/ml			

状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

点击“标定”后，进入键盘页面（如图 3-1），输入标定物重量并确定返回。点击“运行”即可进行标定滴定（如需停止运行，可点击“停止”键）。滴定完成后，自动计算标定值并显示。在右侧显示标定次数并显示完成，同

时伴随 3 次报警声。随后自动转入空白滴定，等待空白完成后，即可进行下次标定。

测定

点击“测定”键，进入键盘输入测量重量，“确定”后，点击“运行”键，可进行样品测定滴定。

测定		运行	停止	←	?
空白	体积	<input type="text"/>	ml	测定完成	
漂移	电位	<input type="text"/>	mv		
	漂移	<input type="text"/>	µl/min		
标定	时间	<input type="text"/>	S		
测定	标定值	<input type="text"/>	mg/ml		

状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

参照“空白”说明。

点击“测定”后，进入键盘页面（如图 3-1），输入样品重量并确定返回。点击“运行”即可进行测定滴定（如需停止运行，可点击“停止”键）。滴定完成后，自动计算样品含水量并自动弹出结果窗口进行显示，点击窗口右上角“×”即可关闭结果窗口。

报告

点击“报告”键，进入报告页面。包括客户信息，日期批号，标定预览，测定预览。



注意

- 用户需在滴定测量前，先将“客户信息”、“日期批号”的信息输入，否则测量报告将默认上一次的输入信息。

客户信息

点击“客户信息”键，可进行客户信息输入。

状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

样品名称：可输入测定样品名称。

实验单位：可输入实验单位名称。

实验者：可输入实验者名称。

注意：点击对应参数名称按钮，即可进入键盘页面进行输入，如图 3-1。

“确定”保存输入结果并返回上级页面。

日期批号

点击“日期批号”键，可进行日期批号输入。



状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

实验日期：可输入实验日期，为 8 位数字显示。

样品批号：可输入样品批号，为 12 位数字或英文。

注意：点击对应参数名称按钮，即可进入键盘页面进行输入，如图 3-1。

“确定”保存输入结果并返回上级页面。

标定预览

点击“标定预览”键，可进行标定值的浏览、删除、打印。



状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

显示 6 次标定结果、标定均值和相对偏差值。点击“删除”可以删除本次标定结果。点击“均值”可以手工输入标定均值。如需打印，可点击“打印”键。

注意：点击对应参数名称按钮，即可进入键盘页面进行输入，如图 3-1。

“确定”保存输入结果并返回上级页面。



注意

- 标定对实验结果至关重要，推荐保证3次标定结果其偏差值应 ≤ 0.003 。

测定预览

点击“测定预览”键，可进行测定值的浏览、打印和数据导出。



状态区：

参照表 3-1-1。

功能区：

功能区中显示所有测定结果。点击“序号”输入需要打印的报告序号；连接好 U 盘后，点击“数据导出”，可将测定结果导出为电子文档形式；点击打印键即可打印报告。

注意：点击对应参数名称按钮，即可进入键盘页面进行输入，如图 3-1。

“确定”保存输入结果并返回上级页面。

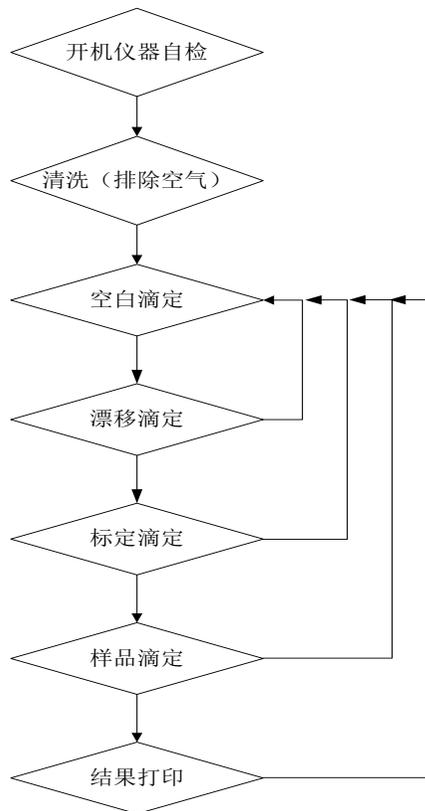
查询（尚在开发中）

点击“查询”键，进入查询页面，可查询当前滴定的滴定过程。

自检（尚在开发中）

点击“自检”键，进入自检页面，仪器可进行自检功能，并显示自检报告。

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-A 系列水份测量仪相关的一些其它事宜。

成套性

CBS-A 系列全自动卡氏微量水份测量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-A 系列卡氏微量水份测量仪主机	台	1	
2	打印机	台	1	赠送
3	U 盘	个	1	选配
4	安装使用说明书	份	1	
5	出厂合格证	份	1	
7	启动记录单	份	1	
8	保修卡	份	1	
9	3Q 认证书	份	1	选配
10	培训记录	份	1	
11	仪器配件	套	1	见配件清单
12	工具备件	套	1	见备件清单
13	装箱单	份	1	

注意事项及维护

清洗指示电极

(1) 每过2 到3 天用水清洗一次指示电极的铂片部分，水洗后用软纸拭干，在使用前用甲醇清洗。如果电极长时间使用而不清洗，会导致测试时间延长和重现性变差。

(2) 某些样品会附着在指示电极表面而降低仪器的灵敏度。此时应将电极浸入足量的有机溶剂中洗掉表面的样品。然后在使用前采用(1)中的做法进行处理。当用硝酸清洗电极时，硝酸的浓度应低于30%，浸泡时间应小于1 小时。

(3) 进行(1)和(2)步处理时，不要用刀片、锉刀或清洁剂等去清洁铂电极表面。在铂电极表面覆有一层氧化物(覆有氧化铂)以提高灵敏度。如果表面被磨掉，会出现下列现象：

- a. 测试结果偏高。
- b. 重现性很差。

清洗活塞式计量管和管路

当滴定仪不使用的超过一周，需清空滴定单元和所有管路，并用甲醇清洗。卡尔费休试剂在长时间储藏后可能产生结晶，这种结晶会阻塞管路和滴定单元。

(1) 将卡尔费休试剂瓶更换成甲醇溶液瓶，用卡尔费休试剂瓶原配的盖子盖好并拧紧。

(2) 在仪器操作界面中“清洗”内，设置清洗次数为6。

(3) 按“运行“仪器自动清洗；

**警告**

- 如果在仪器不使用过程中滴定单元内卡尔费休试剂未按使用说明要求排空，管内可能会产生大量结晶，堵塞滴定单元，此时仪器运转时活塞因阻力过大，无法启动，此情况下请不要强行拉动或者让仪器运行，这将损坏滴定单元内滴定管的内壁。

滴定池

当发现仪器滴定空白时间特别长，或者滴定空白短时间内又产生未知水份、滴定池变脏、或滴定仪将长时间不使用时，需拆掉滴定池，用去离子水清洗并在大约70℃下烘干。

**建议**

- 不要用酮类或醛类试剂进行清洗。如果清洗确保烘干后使用。

干燥管

硅胶被用作干燥剂，当硅胶的颜色变为粉红色，需用新的硅胶更换。如果采用分子筛用作干燥剂，可将硅胶干燥剂参入一些，方便观察颜色来确定干燥时间。

更换滴定单元

不同使用情况下，滴定单元的寿命是不确定的，但建议每2-3 年更换一套新的滴定单元。当更换滴定单元后仍有卡尔费休试剂泄漏发生时，请与我公司联系更换滴定单元。

滴定头（迷宫）

在开始滴定之前，检查确定没有卡尔费休试剂的结晶阻塞在滴定头(迷宫)的末端。由于吸收了空气中的水分，卡尔费休试剂很可能产生结晶并堵塞滴定头。

如果滴定头（迷宫）末端被堵塞，驱动滴定单元的电机可能发出不规则的响声。在这种情况下，依照下列程序清洗滴定头（迷宫）。

- (1) 将滴定头（迷宫）取出，浸泡在水中，卡尔费休试剂是易溶于水的。
- (2) 再将滴定头（迷宫）用甲醇浸泡和清洗。
- (3) 当滴定仪长时间不用时，用甲醇按照(1)，(2)清洗滴定头（迷宫）。



警告

- 不要用金属丝清理滴定头，这样可能会无可挽回的损坏滴定头（迷宫）。

换向阀

如果观察到卡尔费休试剂从换向阀中渗漏出来或者换向阀不切换方向，请与我公司联系维修。不要擅自拆卸换向阀。



警告

- 由于换向阀作为本设备重要部件，请严格按下列注意事项使用：
 - (1) 必须使用清洗过的或经过高纯度过滤的不含固体异物的流体，在使用前最好清洗液路；
 - (2) 当滴定管中活塞因结晶物堵塞或者滴定头（迷宫）或管路堵塞时，不可强行运行，应立即关机联系我公司或者清理故障后使用。
 - (3) 液路接口处的螺纹材料由比较柔软的树脂材料制成，不可过于用力拧紧手拧接头。

管路系统和连接

如果观察到液气路管接头部分有形变或者可能泄漏，拧紧手拧接头或用锋利的刀片从管路末端切掉约 10mm，重新制作连接部分。

卡尔费休试剂

在卡尔·费休法滴定中，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。

卡尔费休试剂应储存在密封的试剂瓶中，远离日光直射。一旦试剂瓶开封，卡尔费休试剂应在一个月内使用。卡尔费休试剂的滴定度会发生变化，这取决于滴定管路和试剂瓶的密封程度以及干燥剂的状态和实验室周围环境的湿度。我们建议每天标定卡尔费休试剂。

卡尔费休试剂在管路系统中吸收了水分，试剂的颜色变淡，这种情况下，用新鲜的卡尔费休试剂与滴定管中的试剂反复流动混合，然后在滴定样品前标定试剂。

卡尔费休试剂会结晶，导致管路堵塞。当关机超过一个星期，应排空滴定管并将其用甲醇浸泡。

滴定溶剂

滴定溶剂不需要在每次滴定时调换，然而，在几次重复滴定之后，溶剂被稀释或冲淡，滴定的精度会变差。当下列任何一种情况发生时，需更换滴定溶剂。

- 需要花费更长的时间滴定空白；
- 滴定池内溶液超过 150ml；
- 重复性变差

废液处理

卡尔费休试剂内包含有害物质如甲醇。

不要直接将卡尔费休试剂废液倒入下水道。

遵守适当的处理程序或地方政府的关于有害物质处理的法规。

电极的选用

卡尔·费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：

- ◆ 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。
- ◆ 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。
- ◆ 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。

- ◆ 与水反应：在醛与 SO_2 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。
- ◆ 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。
- ◆ 与 I_2 反应， I_2 能与易于被氧化的样品反应，如 SO_2 、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。
- ◆ 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。

仪器保养

为了正确安全的使用仪器，建议用户每天定期进行下列项目检查：

- (1) 仪器外观检查：无表面污渍，无试剂滴入表面的痕迹；
- (2) 仪器管路接头处无漏液痕迹；
- (3) 干燥管中硅胶颜色应为蓝色；
- (4) 双铂电极表面清洁无破损；
- (5) 滴定单元下方无液体痕迹，活塞头下清洁干净；
- (6) 换向阀四周无漏液痕迹；
- (7) 进样塞中的进样垫无严重穿孔；
- (8) 滴定池上的各个手拧接头已经旋紧不漏气；
- (9) 废液瓶内部废液已经清理；

仪器保养得体能极大延长使用寿命，请用户遵照下列要求操作：

1. 设备表面污渍：水份测试过程中使用的溶剂及卡尔费休试剂多数会对人体和设备表面产生损害。应避免溶液对人体和设备的伤害。尽管仪器表面涂层喷涂了防腐漆，但并不对所有溶剂免疫；使用过程中溶液洒在仪器表面在所难免，应立即用软纸或棉布吸附擦干，如果时间稍长，液体干涸后，留下斑迹，可使用甲醇等有机溶剂沾湿软纸或棉布，轻轻擦拭即可除去。但较长时间后，试剂与仪器表面涂层反应混合后，将无法去除。

2. 在安装仪器及使用过程中，务必将各种管路与接头正确连接，并经常查看是否可能漏液，如果发生液体泄漏，应立即重新旋紧螺纹或都更换相关连接件，直到不再泄漏为止。

3. 如干燥管中硅胶变成红色或白色，应及时更换。或将变色硅胶置入105℃烘箱中加温，待其还原成蓝色后放入干燥管中冷却至常温后使用。干燥管中可以选择变色硅胶和活性炭等吸湿能力强的干燥剂，为了便于目视检查吸附能力

饱和状态，可混合使用变色硅胶和其它干燥剂，变色硅胶装在远离空气入口一端，装入时应保证一定密度。

4. 在排放废液过程中，应时刻注意废液瓶是否已满，以免废液溢出被吸入气泵导致气泵和设备硬件损坏。建议用户使用容量较大的废液瓶。

5. 仪器连续多次使用后，会使反应杯中的溶液颜色变深，这是电极纯化导致。此时需要用重铬酸钾清洗液清洗电极，一般建议浸泡时间为10-20s即可。

6. 在做某种样品(特别是含水量极低的样品)时，连续数次测试后，可能会使测量数据越来越大，精度越来越低。此时应将反应杯中的溶液全部排空，重新吸入新的甲醇，待滴定空白完成后再做测试即可。

7. 卡尔费休试剂中一般含有盐类电解质，静置状态或者混入不同溶剂后会析出微小晶体，晶体累积在活塞、滴定管表面和换向阀内部，将对设备造成不可逆的损害；因此需要全力避免滴定管和管路中的结晶。具体方法就是经常让仪器处于运转状态，定期清洗或让仪器处于保持平衡状态，让试剂不断处于流动状态；在长时间不用时，要按规定进行设备清洗，并将滴定单元排空，减少内部试剂滞留量。

8. 卡尔费休试剂具有较强腐蚀性，因此如仪器长期不用应及时排空卡氏试剂并用甲醇冲洗干净，可以使用仪器本身的“清洗”功能，可以按如下步骤进行清洗：

1) 首先，将吸液管离开液面，按“清洗”键，输入清洗次数，点击“运行”键，让滴定单元内的卡氏试剂排空；

2) 用甲醇瓶替代卡氏试剂瓶，将吸液管放入液面下，按“清洗”键，输入清洗次数，点击“运行”键。直至整个管路被甲醇冲洗干净为止；

3) 将吸液管离开液面，按“清洗”键，输入清洗次数，点击“运行”键，让滴定单元内的甲醇试剂排空，关闭电源；

9. CBS-A系列水份测量仪已经采用多种技术防止漏液现象，但由于仪器本身运行原理所限，在多种情况下，仍可能发生漏液现象；因此用户在使用过程中

中除了观察管路中的漏液现象外，要特别注意滴定管中的漏液现象，常见的是活塞因故磨损后发生的漏液，液体可能延管壁或推杆流下，一旦发生此现象，应立刻停止使用，同时使用软纸及棉布仔细擦拭漏出的试剂，清理仪器。以免试剂对设备造成腐蚀性损坏。

10. 如果长期使用，密封部件磨损后，有可能导致液体漏进设备机体内，此时应立即停止使用，并检查仪器内部情况。本设备设计中已经避免进液导致漏电或损害电路的情况，但仍有可能造成外壳底板和其它部件的损坏。这种情况下请及时联系厂商或者设备供应商。

说明：以上可能发生的情况仅供参考，北京潮声仪器在研发和生产过程中已经尽全力避免上述正常使用中损坏的情况发生。而且仍然在不断改进中，用户大可以放心使用，但万一发生各种情况，无法上述是否提到，请联系北京潮声仪器公司，我们将全力改进！

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。

常见问题

问题	可能原因与解决办法
测试结果偏差较大，重复性不好	<p>——测试环境不稳定，滴定池连接处未能完全密封，导致外部水份进入：检查各连接部密封圈是否完好，螺母是否适当旋紧，该换则换；</p> <p>——滴定池内壁附有水份，在测定过程中不定期流入反应液：加入定量卡尔费休试剂，使滴定池内处于过滴状态，摇晃滴定池，使滴定池壁中水份被反应掉，重新打空白（预滴定）后开始分析；</p> <p>——样品量太少，或者进样量称量及输入不准确：确保样品量中纯水含量在5mg-10mg 之间，最小不少于2mg；比如含量0.02%的样品，最佳样品量应在50g 之间，最少不能少于10g；确保称量天平的准确度，并仔细检查进样量数据录入是否正确；</p> <p>——机械结构损坏，导致检测不准确：使用仪器的“自检”功能，确定仪器是否正常</p>
滴定时间过长或滴定不到终点，滴定池中颜色很深但仍然不到终点	<p>——测试环境密封不好，外部水份持续进入：检查密封情况，检查是否有外部水份进入滴定池中；</p> <p>——卡尔费休试剂失效，或者滴定度过低：更换卡尔费休试剂，重新标定滴定度；</p> <p>——因电极有电压，吸附污物或样品粘性致电极表面有污染物而钝化：取出电极，使电极两针短路，正常应立即到终点。如果不能终点或反应迟缓，应清洗电极，使用弱酸溶剂超声清洗，污染严重的应用铬酸超声清洗；如有样品粘附，应使用可溶解样品的试剂进行超声清洗，洗后用纯水冲洗干燥后再使用；</p> <p>——溶剂过多，溶剂会积累水份，溶剂 PH 值不对：更换溶剂，重新开始滴定；使用溶剂 PH 值处于 5.5-8 的范围内；</p> <p>——样品与卡尔费休试剂发生副反应，持续生成水份；有些样品如活泼的醛和酮与卡尔费休试剂中的甲醇反应生成缩醛和缩酮与水消耗碘，使滴定反应无终点。一些弱的含氧酸盐，如碳酸盐，硼酸盐以及金属氧化物和氢氧化物能与HI 发生反应生成水，导致没有终点：检查样品组分内容，如有副反应产生，需要更换试剂或者进行样品处理后再行检测；</p> <p>——样品加入滴定池后，导致滴定池中 PH 值变化，不利于检测反应：滴定前采用咪唑苯甲酸等试剂对样品进行中和，使 PH 值为</p>

	<p>5.5-8;</p> <p>——漂移过大，延迟时间过长，导致漂移值大于终点判定值：检查密封情况，缩短终点延迟时间；</p> <p>——样品中含水量很高，加入样品量过大：减少样品进样量，使每个样品中含水量不超过 10mg；</p>
<p>漂移值总是很大</p>	<p>——溶剂瓶、干燥管、滴定池中不密封或有残留水份：检测溶剂瓶、干燥管、滴定池的各个接口是否旋紧，适当用力拉管路看是否松动，摇晃滴定杯反应掉残留水份；检查干燥管及瓶盖中密封圈是否完好，干燥管中变色硅胶成红色或白色时应及时更换；</p> <p>——样品与阳极电解液发生了副反应，反应产生水：更换其他种类的试剂或更换其他的样品预处理方法；</p> <p>——前次分析样品中的水份未能完全释放，或者样品中的某些成份与卡氏试剂发生副反应：可以延长反应时间，或者改进样品预处理方法</p> <p>——滴定池中残留有水份挂壁，也会逐步释放水份：加入过量试剂，摇晃反应杯，反应掉残留水份；</p>
<p>滴定结果偏低</p>	<p>——滴定过早终止，相对漂移值过高。样品量加入不合理，样品在溶液中不能溶解，形成乳浊液，比如黄油、奶酪等含脂肪类样品：采用减量法进行加样，确保加入样品中含足够纯水量，对粘性等附着力较强的样品一定要保证样品加入液体中。对于难溶解的样品需要加入辅助溶剂增强电解液对样品的溶解能力；</p> <p>——试剂滴定度变化，滴定试剂失效：及时重新标定试剂，对于滴定度过低试剂进行更换；</p>
<p>多久需要标定滴定剂？标定卡氏滴定剂的最佳方法是什么？</p>	<p>标定时间取决于滴定剂的稳定性及采取何种措施使滴定剂不致接触到促使其浓度降低的典型污染物质。对碘溶液等光敏度强的滴定剂的常见保护措施是将其储存在棕色瓶里；对卡氏滴定剂需用分子筛或硅胶保护其免受水分侵扰；而氢氧化钠等某些强碱则需防止其吸入二氧化碳。</p> <p>为方便操作，常用来标定卡氏试剂的标定物是纯水。但由于水在不同温度和溶剂中并不稳定且分子量也不够大不适合作基准物，另外，对低当量的试剂来说如何精确称量足够少的水以确保合适的试剂消耗量也是另一个难点。因此如果有条件，可购买经认证的各种浓度（0.1mg/g (mL) 至10mg/g (mL) 水）的标准溶液，作为纯水的替代物，这样就能确定更合适的进样量了。</p> <p>另外常用的是二水合酒石酸钠。该基准物含有两份结晶水，</p>

	<p>其含水量正好是15.66%。使用它的好处在于它是一种稳定、含水量确切的细粉末。相对100%纯水而言，其含水量仅为15.66%，实验人员可以很准确地称取一个合理的样品量以获得良好的滴定度。该基准物的唯一缺点是不易溶于甲醇，而甲醇却是最常用的卡氏溶剂。通常，约0.15g 该物质溶于40mL 甲醇中。接下来，如标定的浓度值增大则表明溶解不完全了，需改换新鲜溶剂。</p>
更换卡氏滴定仪干燥管内分子筛的时间	<p>解决这一问题最实用的方法就是在干燥管的上部加些蓝色硅胶作指示物。只要硅胶表面一有变成粉红的迹象，就更换或再生硅胶了。当然，漂移值的增大也是硅胶需要更换的一个信号。</p>
重现性不好	<p>样品量太少，试样中的水份含量低。可以增大样品量，CBS-A 系列水份仪需保证每次进样试样中含有5mg~10mg 的绝对水份。样品的水份分布不均匀，导致采样的误差也会体现在最终结果中，可以加强搅拌时间，增大样品量，或者对样品进行必要的预处理，如粉碎、溶解等。此外，样品预处理和添加方式中的不恰当处置对结果的重复性的影响严重，尤其是低水份含量的样品。</p>
滴定结果偏高	<p>滴定的时间过快，导致滴定过量，可以清洁滴定池和测量电极。样品预处理和添加方式不当时，含水量低的样品从环境中吸收水份，导致结果偏高。</p>
双铂电极颜色发黑	<p>这表明有其他物质污染了电极表面，需要进行清洗，可以使用铬酸洗液清除大部分的油污、有机物、无机物，而后用蒸馏水清洗干净后，再用无水乙醇洗涤数次后用干燥空气或氮气吹扫干燥。CBS-A系列水份测量仪电极是专用电极，使用替代电极，无法进行准确测定。</p>

附录 I 样品取样量参考

样品量的取样标准一般根据样品含水量来计算，建议CBS-A系列水份测量仪用户在容量法分析时，尽可能保证进样的样品中含有5mg-10mg 的纯水量。

$$\text{样品量 (mg)} = 5\text{mg (10mg)} / \text{样品预估水含量 (\%)}$$

估计水分含量%	取样量 g 或 ml
0.005	>60
0.01	>30
0.1	>3
0.5	>0.6
1	>0.3
5	>0.06
10	>0.03
20	>0.015
30	>0.01
50 以上	>0.006

附录 II 部分样品类型水份检测方法参考

化合物的测定-烃、醇、醚

烃类、醇类对卡尔费休试剂无影响，但是在测定中需要注意溶解性：小分子的烃类可以在甲醇中溶解，但是长链及多环烃类需要使用长链醇，氯仿等这类物质作为溶剂，以提高样品的溶解能力。C8-C15 的烃类样品可以加入1-丙醇溶解样品。C20 以上的烃类、醇类或醚类样品需加入氯仿来溶解样品。需要注意的是，当加入氯仿作为增溶剂的条件下，甲醇的含量不能低于 35%。否则会影响到化学计量，如果是库仑仪，整个滴定体系的电导能力会下降，也会影响到结果。

化合物的测定-卤代烃

卤代烃中的水分可以直接用卡尔费休试剂进行测定。对C10 以上的卤代烃，需要加入增溶剂。在实际应用工业检测中，可能要注意，工业化生产出的卤代烃可能含有游离氯，氯具有氧化性，因此(HRN) I 中的碘可能会被氧化成单质碘。这样碘又可以与水反应，这种状况下，测定结果会小于实际的含水量。一般加入1-十四烯的效果非常好，其双键能与游离氯加成。消除氯的影响。这时要考虑溶解性问题。需向体系中加入氯仿。

化合物的测定-酚

大多数酚类都可以直接滴定，但是较大分子量的酚，氨基酚在检测中会遇到问题。在检测如：2-硝基酚；3-溴苯酚等苯酚的衍生物时，出现无法达到终点的情况，碘一直在消耗。加入酸性物质可以抑制这种反应，其机理尚不清楚，可能是碘将这类化学物质氧化，从而出现了碘在不断消耗的现象。而这种反应与pH 值有很大的关系。所以要加入酸性物质，将体系的pH 值调至酸性范围，抑制碘被消耗。在检测这类物质时，容量法要更优于库仑法。

化合物的测定-酮

酮类的水分测定需要使用特殊的卡尔费休试剂,因为酮可以和醇发生缩酮。为了抑制这个反应,需要选择亲核攻击能力较合适的醇类代替甲醇,如:作为反应的体系,这种醇具有足够的亲核攻击能力,去攻击二氧化硫中的S 原子。完成KF 反应的第一步,而它同时没有足够的的能力进攻酮类物质中的双键碳原子。

化合物的测定-醛

醛类的物质不但具有类似于酮类的缩合反应,还存在其它反应。在这种状况下,一些基团的吸电子能力直接影响着反应方向。因此,当基团的吸电子能力足够强时,会让反应方向偏向从右向左。所以在醛酮试剂中加入氯乙醇等醇类,对这种反应有很好的抑制作用。

化合物的测定-羧酸

测定羧酸的含水量,需要对羧酸进行中和,保证系统的pH 值在5-7 之间,所以需要加入缓冲物质,如咪唑等。大多数羧酸可以直接在已经加入缓冲剂的常规体系中滴定。但是,对于甲酸,乙酸还要考虑到羰基碳很容易受到亲核攻击,所以,需要在滴定醛酮的环境中对其进行检测。

化合物的测定-羧酸酯、盐

羧酸酯可以在常规体系中直接进行滴定。但酯类的溶解需要通过添加增溶剂来处理。如:丙烯酸乙酯,这是一个C5 的羧酸酯,但基本上就需要1-丙醇或氯仿来增溶。羧酸盐的滴定同样也不存在副反应,但是其溶解能力通常要比酯类还差,因此需要采用一些辅助手段,加入甲酰胺,在高温下甲酰胺能够快速的从这类物质中将水萃取出来,从而缩短滴定时间。

化合物的测定-含N 化合物

含N 的化合物,可以按照其性质分为三类。弱碱性物质,这类物质基本上就是一些杂环含N 化合物,一般都可以在常规的体系中进行滴定。强碱性物质,这类物质基本上就是脂肪胺,这类物质在加入到常规的KF 系统中会引起pH 值得变化,在碱性环境下,碘单质会被消耗,从而引起结果偏大。因此需要加入

酸性缓冲物质以调节系统的pH直到合适的范围。有副反应的物质，这类物质较多的就是芳香胺及部分二胺。其机理尚未清楚，其中可能存在芳香胺被甲基化的反应，因此应保证体系在酸性条件下进行，以抑制N的进攻性反应。

化合物的测定-含S 化合物

大多数含硫的化合物能够在常规体系中直接进行性。但硫醇会被碘氧化，消耗碘，从而使结果含水量偏高。



因此需要加入N-乙基顺丁烯二酰亚胺，以消除这种情况。但是要注意，N-乙基顺丁烯二酰亚胺与-SH 反应后的物质会具有碱性，这会使体系的pH 值升高，因此，同时需要加入酸性物质对系统进行pH 调节。

化合物的测定-含B 化合物

硼酸与甲醇容易发生酯化反应，在这个反应中，会释放出水分。由于甲醇的反应活性很强，所以为了抑制这种副反应，应该选择测定醛酮类样品时所用的试剂（即不含甲醇的试剂）。三氧化二硼，偏硼酸(HB₂O₃)和硼砂(Na₂B₄O₇)都会有类似的反应存在。在测定这些物质时，都应该考虑使用特殊试剂。

化合物的测定-硅烷醇

硅烷醇，其中的羟基会与甲醇产生醚化。因此，硅烷醇的滴定需要在醛酮类的溶剂中进行。同时这类物质也需要氯仿作为增溶剂，保证样品的高度分散。

化合物的测定-过氧化物

在有机过氧化物物质中存在两种反应



对于第一种反应，不会影响到KF 滴定。第二个反应，较为合适的方式就是降低温度，让体系在低温下进行滴定，从而能够使此反应速度降低。

化合物的测定-无机盐

无机盐中的水分可以按照物理方式分为：结晶水和表面吸附水的分析其中

结晶水、 内含水这两种水的检测，应考虑到水分的分散性，加入甲酰胺，并升高体系温度，都有利于加快水分检测的速度。吸附水这种水分的检测，应在含有氯仿的体系中进行检测，因为氯仿能够较好的抑制无机盐在醇中的溶解，这样就提高了吸附水在醇中的分散度。铜盐在检测时需要引起注意，因为铜离子会使电极产生一个假信号，加入后，仪器会马上出现一个滴定终点，因此需要在氯仿含量较高的环境中进行，并且使用容量法滴定。

化合物的测定-无机酸

在测定无机酸时应注意两点：无机酸会将体系的pH 值降低，这会使整个反应的速度变慢。因此须对无机酸进行中和，使其加入到滴定体系当中来时，仍然能保持体系5-7的pH值范围。强酸还需要在加入前就进行中和的前处理。使用50ml 吡啶，溶解5g待测样品，并用甲醇稀释到100ml，取样检测。因此，这必然会引入其他试剂中的水分，所以，还要对用于前处理的试剂进行空白滴定。酸会与甲醇产生酯化反应，因此需要在无甲醇的介质中滴定。

附录III 服务条款

CBS-A 系列水份测量仪是北京潮声公司自主研发的分析仪器产品，北京潮声弘业科技有限公司对本仪器的售后服务负责。申明如下：

- 在正常使用条件下：

凭保修卡或销售合同，对仪器主机提供14个月保修服务，保修期内仪器发生故障，由用户寄回北京潮声弘业科技有限公司指定地点进行维修；

- 在人为因素、不可抗力因素等条件下造成的损坏：

由用户寄回北京潮声弘业科技有限公司指定地点进行维修；北京潮声公司将收取配件费和适当的维修人工费；维修后的产品，给予6个月质量保证；期间在正常使用过程中发生同样的故障，给予免费维修；

- 保修内容仅包括仪器结构、电子电路，非易损性器件；不包括下列部件：

玻璃滴定管，活塞头，各类密封圈，进样针，滴定池反应杯，测量电极，干燥管，各类瓶盖等；

附录IV 仪器配件

名称	部件号码	图样
1、滴定单元	02-00001	
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、进样堵头

13-070701



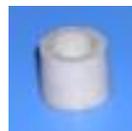
12、进样垫

01-061401



13、电极密封圈 φ 11

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、热敏打印机

00-000001

