

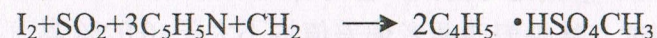
九. 装箱附件清单:

序号	名称	单位	数量
1	KF-1 主机	台	1
2	玻璃滴定管 (含左右 10ml 各一支)	套	1
3	750ml 储液瓶	只	2
4	反应瓶	只	1
5	铂电极	支	1
6	小干燥管	支	2
7	搅拌棒	支	1
8	小称样管	只	5
9	小玻璃珠	颗	若干
10	双链球	只	2
11	电源线	根	1
12	6mm 乳胶管	根	1
13	合格证	份	1
14	说明书	份	1

一. 工作原理

本仪器为卡尔费休 (Karl Fischer) 滴定法测定水份的仪器, 采用“永停法”来确定终点。根据半电池反应: $I_2 + 2e = 2I^-$ 溶液中同时存在 I_2 及 I^- 时上述反应分别在两个电极上进行, 既在一个电极上 I_2 被还原, 而在另一个电极上 I^- 被氧化, 因此溶液中有电流通过。溶液中只有 I^- 而无 I_2 , 则溶液中无电流通过。当滴定终点时溶液中有微量卡尔费休试剂存在才有 I^- 及 I_2 同时存在, 这时溶液导电, 数字指示到达终点。

反应式:



根据滴定反应中所消耗的碘量来算出水份的含量。

二. 仪器性能及使用范围

2-1 仪器性能:

2-1-1 电源: 220V $\pm$ 10% 50Hz

2-1-2 相对湿度: $\leq 80\%$

2-1-3 环境温度: 5°C--40°C

2-1-4 测量范围: 0.03%--100%

2-1-5 相对误差: $\leq 3\%$ (平行测定以水为标准样品, 测定卡氏试剂的水当量, 应该注意的是它的水当量必须大于等于 3mg/ml。

2-2 适用范围及条件:

本仪器主要用于测定化肥、医药、食品、轻工、化工原料以及其它工业产品中的水份含量。

根据国家相关资料及美国材料协会标准 (ASTM), 使用卡尔费休法可直接测定的化合物包括:

有机化合物-饱和的和不饱和的氮化合物，缩醛，酸类，酰基卤，醇类，稳定的酰，酰胺，弱的胺，酐，二硫化物，酯类，醚卤化物，碳氢化合物，稳定的酮，过氧化物，原酸酯，亚硫酸盐，硫氢酸盐及硫醚。

无机化合物-盐，酸性氧化物，氧化铝，酐，过氧化钡，碳化钙，氧化铜，干燥剂，硫酸肼，部分有机和无机酸的盐。

该型号自动水份测定仪，可达到与国外同类仪器相同的使用效果。仪器经上海市、江苏省等各药检所与瑞士(METTLE)公司的 DL-18 型做比对测试，在对各地来样的同一尿素产品进行比对测试，结果表明两者偏差值均不大于 0.02%，具有同等的准确性和稳定性。而价格仅为该仪器的五分之一，二十多年的技术积累和品质保证，成就了“安灵牌”卡氏水份测定仪器在国产品牌中优质的产品信誉。产品目前已被许多行业推荐为贯彻国家标准的测定仪器和 GB7376-87 工业氟代甲烷类中微量水份的测定。

三. 仪器特点:

3-1 电源电压为 220V，经变压整流、稳压，可保证仪器的稳定性。

3-2 电磁搅拌器采用电机无级调速，搅拌速度可以任意调节。

3-3 滴定系统采用标准磨口，便于不同容量规格的滴定系统互换使用。

3-4 运用通过干燥的空气加压排除反应瓶中的废液，操作简便；整个操作过程在密闭系统中进行，安全可靠。

3-5 具支试管安装系统人性化设计，便于用户调换干燥剂。

3、标准磨口均应涂有硅酯，并经常转动。

4、卡尔·费休试剂对人生有不同程度的危害性，操作时应在良好通风条件下进行，确保安全。

5、卡尔·费休废液要排入固定密封中，按有害物处理。不可敞口放置可任意排入下水道以防污染环境。

6、如发现硅胶变成红色或白色，则应更换，或将变色的硅胶放在 105℃ 烘箱中加温，待其还原成开蓝色放置干燥管中冷却至室温后再用。

七. 一般性故障处理:

1、当仪器开关置于“校正”处，表头无反应。则应检查波段开关电位器及表头上接线有否脱落开，否则就有可能因运输颠簸导致表头损坏。

2、当仪器开关置于“测定”处，滴定终点时若电流表指针不动，则可检查铂电极是否脱焊或断线。

3、测定结果的准确度与电极的灵敏度密切相关，如果电极作用过久，使铂电极表面污染，则在滴定过程中表示迟钝。

根据以下公式计算出卡氏试剂的水当量 X 。

$X = 10 \div (V_2 - V_1) = \text{卡氏试剂的水当量、强度、滴定度}$ 。
重复三次，或三次以上求得其平均值 $\bar{x}$ 。

$\bar{x} = (X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_n) \div n = \text{水当量平均值}$

注：因为卡氏试剂对水极其敏感，所以每次测试前都应对卡氏试剂做一次标定。

测试样品如间隔时间较长，应重新去除空白。

5-6 样品测试

将 2~5 克样品（准确至 0.0001 克）打开进样口橡皮塞，快速将样品倾入反应瓶，立即盖紧橡皮塞，搅拌溶液直至样品溶解后，滴入卡氏试剂至电流表指针至 40uA，即终点。大约稳定在 30 秒左右就可以读数。

然后根据下列公式计算含水量：

含水量 = $[(X \times V) \div G] \times 100\%$

$X = \text{水当量平均值}$

$V = \text{加入样品所消耗的卡氏试剂量 } (V_2 - V_1)$

$G = \text{加入样品的重量 (单位：毫克)}$

5-7 卡氏试剂

卡氏试剂的水当量 = 强度 = 滴定度，不能低于 3.00mg/ml（每 ml 的卡氏试剂相当于 3.00mg 的水当量）。

六. 安全维护

1、测试样品间隔时间较长，应重新去除空白。

2、卡尔费休试剂具有腐蚀性，操作时应加以注意，避免试液溅洒仪器表面造成腐蚀。

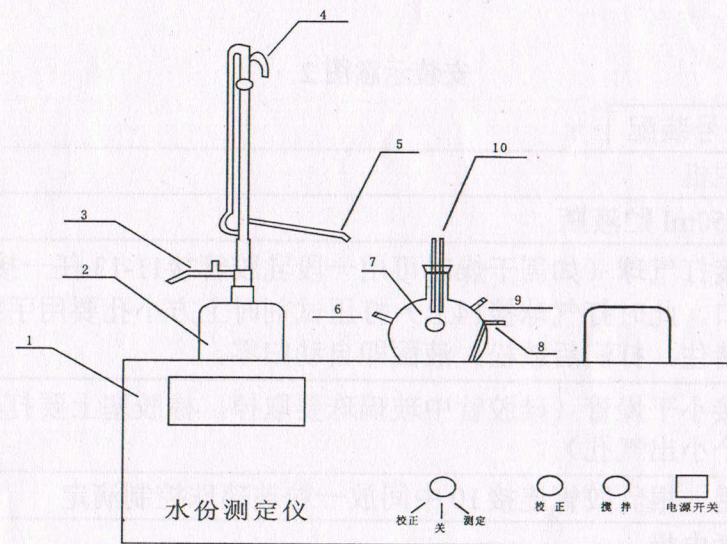
四. 仪器安装及注意事项：

4-1 请参照仪器安装外型图说明进行安装。

4-2 所有封箱部件请查阅本说明书第 页配件装箱单。

4-3 为了能使磨口更加润滑，请在磨口处涂抹凡士林，并经常扭动。

4-4 安装时参照示意图 1、2 再按序连接。因甲醇不计量只要浸没电极铂金片故只要倒入即可，右滴定管一般备用（用一支滴定管即可）。



安装示意图 1

五. 操作方法:

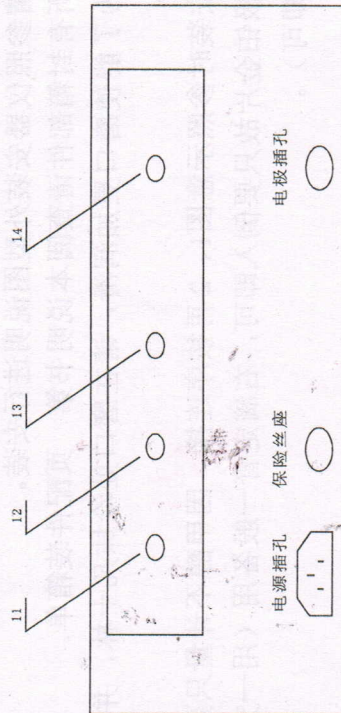
5-1 滴定管使用

5-1-1 测定水份含量若在0.1%-10%时请用10ml滴定管（最小分度为0.05ml）。

5-1-2 测定水份含量若小于0.1%时，应当增大取样品量并且可配用微量滴定管。

5-2 打开电源指示灯亮后，将测定开关调至校正档再用校正开关将电流表指针调整至40uA，然后将测定开关调到测定档，此时电流表指针归零。

安装示意图 2



备注：如用户使用上海新中化学科技公司生产的试剂，校正时需将测定开关拨到测定档，将铂电极插入费休试剂中，再把电流表调至40uA处，然后取出电极插入反应瓶中。

5-3 将卡氏试剂倒入滴定瓶中，用双连球将试剂打进滴定管，把无水甲醇倒入反应瓶直至把电极铂金片完全浸没。

5-4 将卡氏试剂滴入反应瓶中，直到电流表指针接近40uA，（一般指针在35~40范围内）保持30秒钟指针不往回走，溶液为红棕色即为终点。

注以上打空白仅为除去甲醇中水份故不需要计数。

5-5 卡氏试剂的标定:

用微量进样器注射10μL水到反应瓶中，（微量进样器抽水后针头要擦干，打进反应瓶时针头要浸到液面下再打出，这样就减小误差）同时记录滴定管上的数据即V₁，然后做到终点，再记录下滴定管上的数据即V₂。

按序号装配

1	主机
2	750ml 贮液瓶
3	接打气球（如需干燥时可用一段乳胶管接11-13任一接口，此时打气球接14上）打压试剂时上方小孔要用手指堵住，打满后放松，液面即自动归零。
4	接小干燥管（硅胶管中玻璃珠要取掉，橡胶塞上要打几个小出气孔）。
5	用一根乳胶管连接10中间放一粒玻璃珠控制滴定
6	插电极
7	加样口
8	用一根乳胶管接至废液瓶（一般不用，操作较麻烦以直接倒掉废液为主）。
9	排废液时接打气球（一般不用）。