

目 录

1 仪器介绍	- 1 -
1.1 简介.....	- 1 -
1.2 技术指标.....	- 2 -
1.3 主要功能.....	- 3 -
<hr/>	
2 安全提示.....	- 5 -
<hr/>	
3 卡尔费休滴定基础.....	- 6 -
3.1 卡尔费休滴定原理.....	- 6 -
3.2 容量法介绍.....	- 6 -
3.2.1 容量法试剂.....	- 7 -
3.2.2 滴定度.....	- 8 -
3.3 库仑法介绍.....	- 8 -
3.3.1 电解电极.....	- 10 -
3.3.2 库仑法试剂.....	- 10 -
3.4 终点控制.....	- 10 -
3.5 漂移.....	- 12 -
<hr/>	
4 仪器结构及安装.....	- 13 -
4.1 仪器结构.....	- 13 -
4.2 仪器的安装.....	- 19 -
4.2.1 防扩散管和容量杯（容量法）	- 19 -
4.2.2 滴定管装置和阀（容量法）	- 20 -
4.2.3 安装指示电极等（容量法）	- 21 -
4.2.4 管道连接（容量法）	- 21 -

4.2.5	连接溶剂管理器.....	23
4.2.6	安装电解杯（库仑法）.....	24
4.2.7	连接电源线.....	25
4.2.8	连接打印机.....	25
4.2.9	连接卡氏炉.....	25
<hr/>		
5	仪器功能介绍.....	27
5.1	按键功能.....	27
5.2	开机界面.....	29
5.3	系统设置.....	29
5.3.1	设置测量类型.....	30
5.3.2	设置系统时间.....	31
5.3.3	设置操作者编号.....	31
5.3.4	设置搅拌器速度.....	31
5.3.5	设置输出类型.....	32
5.3.6	设置极化电流.....	32
5.3.7	设置滴定管.....	33
5.3.8	设置卡氏炉.....	33
5.4	容量法功能参数.....	33
5.4.1	清洗功能.....	33
5.4.2	补液功能.....	35
5.4.3	排液功能.....	35
5.4.4	进液功能.....	36
5.4.5	试剂混合功能.....	36
5.4.6	容量法滴定参数.....	37
5.4.7	容量法测量的滴定模式.....	42
5.5	库仑法功能参数.....	43

5.5.1 电解测试功能.....	43 -
5.5.2 库仑法测量参数.....	44 -

6 容量法测量水分.....	49 -
6.1 容量法测量水分常规分析步骤.....	49 -
6.2 滴定度测量.....	51 -
6.2.1 滴定度测定模式参数设置.....	51 -
6.2.2 选择合适的标准物质.....	52 -
6.2.3 预滴定过程.....	52 -
6.2.4 用户进样过程.....	52 -
6.2.5 滴定度测量过程.....	53 -
6.3 样品测量.....	53 -
6.3.1 自动滴定和卡氏炉滴定模式参数设置.....	54 -
6.3.2 预滴定过程.....	54 -
6.3.3 用户进样过程.....	55 -
6.4.4 滴定过程.....	56 -
6.4 固体样品的测试.....	57 -
6.4.1 固体样品溶解后测量.....	57 -
6.5 粘稠样品的测试.....	58 -

7 库仑法（电解法）测量部分.....	59 -
7.1 库仑法测量水分常规分析步骤.....	59 -
7.2 水分测量过程.....	60 -
7.2.1 预电解过程.....	62 -
7.2.2 用户进样过程.....	63 -
7.2.3 测量读数过程.....	64 -

8	数据管理.....	- 65 -
8.1	查阅功能.....	- 65 -
8.1.1	查阅上次测量结果.....	- 65 -
8.1.2	查阅存贮数据.....	- 65 -
8.2	打印/输出功能.....	- 66 -
<hr/>		
9	PC 控制软件.....	- 67 -
9.1	ZDY-504 型水分测定仪软件.....	- 67 -
9.2	雷磁通用滴定管理软件.....	- 68 -
10	仪器维护与故障排除.....	- 69 -
10.1	仪器的维护.....	- 69 -
10.1.1	仪器正常使用环境.....	- 69 -
10.1.2	电极和测量杯清洗.....	- 69 -
10.1.3	仪器的保存.....	- 70 -
10.2	常见故障排除.....	- 71 -
10.2.1	主机常见故障排除.....	- 71 -
10.2.2	容量法常见故障排除.....	- 71 -
10.2.3	库仑法常见故障排除.....	- 73 -
<hr/>		
11	技术支持.....	- 75 -
11.1	技术咨询.....	- 75 -
11.2	操作指导.....	- 75 -
11.3	软件下载.....	- 75 -
11.4	售后服务.....	- 75 -
11.5	配件采购.....	- 76 -
11.6	联系方式.....	- 77 -

12 附录	- 78 -
附录 1 水密度表.....	- 78 -
附录 2 USB 相关驱动以及安装说明	- 79 -

1 仪器介绍

1.1 简介

卡尔费休水分测定仪具有准确度高、应用范围广（适合气体、液体、固体样品）等优点，相比减重法测量水分，KF 法对于那些加热时会失重的试样，如油品类样品中水分含量的检测显得尤为适应。根据参与滴定反应的碘的来源的不同，卡氏水分分析仪可以分为容量法和库仑法两类。

ZDY-504 型水分测定仪支持包括容量法、库仑法全范围水分含量的测量。仪器具有以下特点：

- 支持包括容量法、库仑法全范围水分含量的测量，满足常量水分、微量水分的不同用户测量需求；
- 点阵式液晶显示，按键操作，电脑中文软件同时控制或分别控制；实时显示有关测试方法、测试结果；
- 无污染测量分析过程：防漏液装置和“废液”瓶防倒吸装置；全自动进液、排液、KF 试剂混合以及自动清洗功能，防滴定杯溶液溢出保护功能；防止用户直接接触 KF 试剂，保证测量和使用工作人员和环境的安全；
- 支持自动滴定模式、恒滴定模式、KF 滴定度测定模式等多种滴定模式，满足不同类型样品的水分测量；
- 用户可按需选择 mg、mg/L、%、ppm 等多种测量结果单位；
- 仪器支持 GLP 规范，支持存储容量法、库仑法水分测量数据各 200 套；
- 支持数据存贮、删除、查阅、打印或输出；
- 具有断电保护功能；
- 支持 RS232 串口打印机，打印测量结果；
- 支持固件升级和软件升级，允许功能扩展；

- 支持配套雷磁 KSH-01 型卡氏样品加热炉使用。

1.2 技术指标

表 1-1 仪器技术指标

参数	技术指标	
	容量法	库仑法
测量范围	(0.1~250.0)mg	10 μ g~20mg
显示单位	mg、mg/L、%、ppm	μ g、mg、%、ppm、mg/L、 μ g/mL
极化电流误差	(1 \pm 0.20) μ A、(50 \pm 10) μ A	
电解电流	/	10.722mA、20mA、53.61mA、107.22mA
电解速率	/	1 μ g(H ₂ O)/s、1.86 μ g(H ₂ O)/s、5 μ g(H ₂ O)/s、10 μ g(H ₂ O)/s
电解速度	/	电解 1000 μ g 的水所用的测量时间 \leq 3min
示值误差	/	\pm (5%检定点+3) μ g
测量重复性	\leq 0.5%	100 μ g 点的测量值的相对标准偏差(RSD) \leq 3%
供电电源	交流电压(220 \pm 22)V，频率(50 \pm 1)Hz	
尺寸(1 \times b \times h)， 重量	340mm \times 400mm \times 400mm，约 10kg	

1.3 主要功能

表 1-2 仪器主要功能

功能名称		容量法	库仑法
基本功能	支持语言	中文	
	背光显示	●	
	恢复出厂设置	●	
	参数恢复默认	●	
	蜂鸣提示	●	
	时间设置	●	
	断电保护	●	
	固件升级	●	
	抗干扰自动恢复	●	
测量功能	排液功能	●	/
	进液功能	●	/
	混合 KF 功能	●	/
	清洗功能	●	/
滴定模式	预滴定	●	/
	自动滴定	●	
	手动滴定	●	/
	恒滴定	●	/
	滴定度测定	●	/
	卡氏炉空白	●	
数据管理	存储	200 套	
	查阅	●	
	删除	●	
	符合 GLP 规范	●	

表 1-2 仪器主要功能（续）

功能名称		容量法	库仑法
通讯及外部设备	连接卡氏样品加热炉		●
	连接打印机		串口打印机
	打印输出内容和格式		●
	连接 PC 端数据采集软件		●

2 安全提示

使用前请仔细阅读本手册的全部内容，请妥善保存本手册。您须按照本手册使用仪器，对于因未遵循本手册使用设备或者因对设备进行改动而导致设备损坏的，上海仪电科学仪器股份有限公司不承担任何责任。

开始使用仪器前，请注意以下事项：

- 请勿自行拆开仪器进行检查或维修；
- 请勿将电缆和连接器放置在液体、潮湿或腐蚀性环境内，以防触电或损坏仪器；
- 请使用本公司配置的适用于该仪器的电源适配器；
- 如果电源线已损坏（导线外露或断裂）请勿再使用，以防触电；
- 请勿在易燃易爆环境中使用，以免发生事故；
- 若发现仪器损坏或变形等异常情况，请勿使用。

以下标识将在本文中被使用。



【危险】

潜在的紧急的危险情形，如果不加以避免，可能会导致死亡或严重人身伤害。



【警告】

潜在的危险情形，需谨慎本操作，操作错误可能会导致人身伤害或仪器产生重大问题。

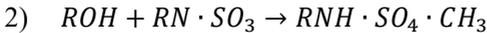


需要特别强调的信息，可以帮助您更好地使用本仪器，获得更为准确的测量结果。

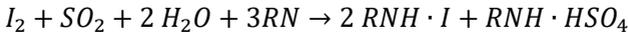
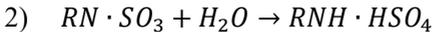
3 卡尔费休滴定基础

3.1 卡尔费休滴定原理

在非水体系中，碘、二氧化硫、水、醇和有机碱等按一定比例反应，其中醇既是溶剂又是反应物，碘和水按照 1:1 化学计量，反应终点用电极法判定。



当试剂中不含醇类时，则按如下反应：



通过上面化学反应式可知，在没有醇类参与反应时，碘和水按照 1:2 化学计量比反应。而有醇类试剂时候，为了保证水分反应完全此时需要保持醇过量。

根据碘的来源，卡尔费休水分测定有两种方法，容量法和库仑法。其中容量法卡尔费休分析方法中，碘单质通过具有活塞的滴定管直接添加，适用于含水量大的样品；库仑法卡尔费休分析方法中，碘单质由电解杯中的电解电极产生，适用于微量水分样品。

3.2 容量法介绍

如前所述，容量法卡尔费休水分测定中碘单质通过具有刻度的滴定管直接添加，溶剂则直接加入到滴定杯中，通过精准控制滴定剂的消耗量和电位值从而得到样品含水量。通常容量法卡尔费休适合测量含水量大的样品：100ppm~100%。

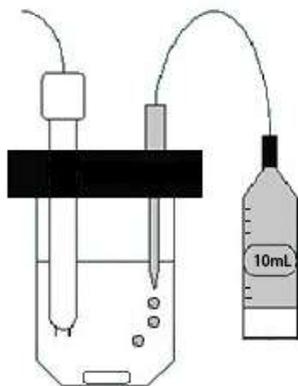


图 3-1 容量法卡尔费休水分测定示意图

3.2.1 容量法试剂

卡尔费休试剂由二氧化硫、醇、有机碱、碘等组成，其中醇主要以甲醇为主，它既作为溶剂又作为反应物。

容量法卡尔费休试剂通常分单组分试剂和双组分试剂两种，另外也有专用试剂，例如醛酮试剂。

- 单组分试剂: 滴定剂含有碘、二氧化硫、有机碱(如咪唑或吡啶)，溶于醇溶液。溶剂是甲醇，也可以使用适合于样品的混合甲醇溶剂；

试剂大约可以存储两年。如果试剂密封保存，滴定度大约以每年 0.5mg/mL 的速度下降；

- 双组分试剂: 滴定剂含碘和甲醇；溶剂则是二氧化硫、有机碱(如咪唑或吡啶)和甲醇等；

双组分试剂能使滴定速度比单组分试剂快两三倍。同时，双组分试剂的滴定剂和溶剂在存储时都极为稳定。如果滴定剂密封性好，其滴定度也较稳定；

- 醛酮试剂: 醛、酮通常能与甲醇反应生成缩醛、缩酮，反应过程

还会产生水，导致水分测试结果偏大，而不含甲醇的试剂能解决该问题。例如滴定剂含碘、二氧化硫、二甲氧基乙醇；溶剂含 2-氯乙醇和三氯甲烷等。醛酮试剂滴定时间比常规卡尔费休试剂稍长。

双组分卡尔费休试剂相比较于单组分试剂要稳定。由于甲醇有一定毒性，也有将乙醇替代为甲醇作为溶剂使用。

3.2.2 滴定度

滴定剂的浓度一般称为滴定度，其表示为 1mL 卡尔费休滴定剂相当于水的质量，单位 mg/mL；

滴定剂的滴定度通常建议选用(3~5)mg/mL，这样能保证合适的滴定时间；

滴定剂的滴定度 5mg/mL 适用于含水量 1000ppm~100%样品；

滴定剂的滴定度 2mg/mL 适用于含水量小于 1000ppm 样品；

滴定剂的滴定度 1mg/mL 适用于含水量小于 200ppm 样品。

由于滴定剂化学性质不稳定，特别是单组分试剂；另外滴定剂会从空气中吸收水分导致其浓度降低，例如密封未完全、干燥剂变色失活等；同时环境温度的变化也会使得试剂中甲醇等溶剂挥发造成滴定剂的浓度变化，因此需要定期对滴定剂的滴定度进行标定测量。

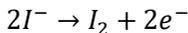
通常根据使用频率和所用试剂稳定性、“滴定剂”瓶密封性以及测量精度要求，进行定期的标定。建议每周进行一次标定。对于温差和湿度较大地区，则需要每天进行标定。

3.3 库仑法介绍

卡尔费休库仑法测量水分含量也是基卡尔费休反应：



但是反应中的碘是通过阳极氧化反应产生，反应如下：



碘在滴定杯（或电解杯）中电解电极的阳极端产生，碘分子再与水反应，因此库仑法测定含水量是通过计算在电解产生碘所消耗的电量（单位：库仑，C）。

在卡尔费休反应中，两个碘离子产生一个碘分子，一个碘分子再与水发生卡氏反应，整个反应是失去两个电子。

根据法拉第定律：

$$\frac{W}{M} = \frac{Q}{nF}$$

式中：W 是样品中的含水量，单位 g；M 是水的摩尔质量，单位 g/mol；Q 是电解电量，单位 C；F 是法拉第常数，单位 C/mol；n 是电子转移个数。

卡氏反应中：水摩尔质量为 18g/mol，法拉第常数为 96485C/mol，电子转移数为 2。

可得： $W=Q/10.721$ ，单位 mg。

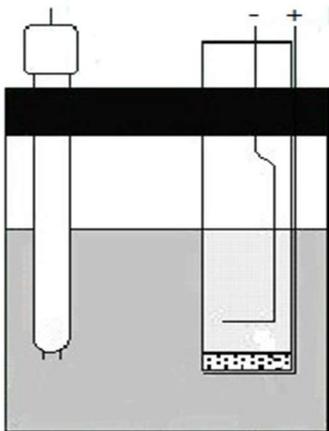


图 3-2 库仑法卡尔费休水分测定示意图

库仑法卡尔费休水分测量一般适用于样品中微量水分测量：1ppm～5%。

3.3.1 电解电极

对于卡尔费休库仑法，需要注意发生电解反应的电极上只是发生单纯的电极反应，而此反应又以 100% 的电流效率进行。

通常库仑法电解杯由电解电极和指示电极组成，电解电极的阴极和阳极间由隔膜分开。

阳极溶液直接装入到电解杯中，阴极溶液则装入到电解电极中。电解过程中，阳极发生氧化反应，阴极发生还原反应。

阳极：碘离子氧化生成碘单质；

阴极：氢离子还原成氢气。

阳极中的碘单质是通过施加电解电流后电解产生，不同的电解电流所产生碘的速率也不一样。同时阳极的溶液电导率、电解电极电压和电解电极的表面类型都会影响碘产生速率。

在电解杯中生成的副产物甲基亚硫酸能渗入到阴极中，然后还原成硫化物，使得阴极溶液变黑。因此需要注意电解电极，避免发生如上情况。

3.3.2 库仑法试剂

阳极液由二氧化硫、咪唑、碘离子组成，溶于甲醇或者乙醇，也可以是其他醇类；阴极液可以与阳极液一样，也可以是专用试剂。

库仑法试剂一般为碘、二氧化硫、咪唑以及氯仿、醇等溶剂组成。

本仪器配套的库仑法卡尔费休试剂是 KF-1 型 KF 试剂，包含 KF-1A（阳极液）和 KF-1B（阴极液）。使用过程中，将 KF-1A 试剂（阳极液）直接倒入到电解杯中约二分之一高度，KF-1B 试剂（阴极液）倒入电解电极中使其液面略低于阳极液液面。如果使用卡氏炉进样，则选用卡氏炉专用试剂，其具有极低的挥发性和稳定的漂移值。

3.4 终点控制

卡尔费休滴定法测量水分都是通过双伏安法指示终点（也叫电位分析

法)，通过在双铂电极上施加一个恒定的交流电：极化电流“ I_{pol} ”。恒电流法是通过调节外加电压使得电解电流在电解过程中保持恒定。

当滴定杯中有水存在时候，碘单质就不会存在。为了保持电极上稳定的极化电流，电压必然较大。特别是滴定开始时电压都比较高，至少 400mV 以上；一旦滴定杯中所有的水都与碘反应，滴定溶液中就存在单质碘。单质碘促使离子导电，为保持极化电流稳定，电压就下降。当电压低于设定值时，滴定就结束，此时电压在(40~100)mV 之内。

单质碘促使离子导电是因为阴极吸引碘，然后单质碘被还原成碘离子 I^- 。阳极又吸引生成的碘离子氧化成单质碘 I_2 。通过不断搅拌，滴定杯中的阴阳离子能较好的在阴阳极之间移动，如果停止搅拌会降低离子导电甚至会终止离子导电，使测量电位信号不稳定，导致测量终点异常。

电极类型、溶液和极化电流“ I_{pol} ”对终点都有影响，其中最主要的极化电流至关重要。极化电流越大，需要的单质碘越多，以便离子导电到终点。过量的碘会导致卡氏反应测得含水量大，需要尽量保持碘刚好参与反应，因此极化电流设置越低越好。但是，极化电流过低，会使滴定终点的电位突跃减小，导致滴定难以在正确的时间终止，出现过滴定情况。因此需要设置合适的极化电流。

滴定终点时电位的突跃也受几何结构影响，例如极化电极的面积和构造。当极化电极的铂针表面越大，电位突跃就越小，例如长针、双针或者平面等。对于恒电流反应，通过铂针表面积越大电流密度越小。铂针短的电极可以获得更大的电位突跃和更高的终点。

每个终点对应不同的极化电流。当极化电流改变，终点电位也必须改变。

铂有较强的吸收能力，当电极使用一段时间后，其表面会形成薄膜，导致电位突跃更大。因此使用过程需要注意保养。

3.5 漂移

由于水分滴定装置无法保证完全密封无水状态，总会有痕量的水分渗入，此水分在水分测量过程中也会被滴定。因而在测量样品含水量时，需要考虑此痕量水分。而在水分测量中痕量渗入的含水量需要量化计算，该值即为漂移值，单位 $\mu\text{g}/\text{min}$ 。漂移值可以通过一段时间内滴定无水溶剂计算得到。

空气湿度水是影响卡尔费休滴定结果误差的最主要因素。湿气可以进入样品、试剂、电极、滴定杯等。而避免湿气可以通过塞紧所有接口、摇晃滴定杯使其表面水分快速至试剂中。

如果需要考虑，则可以打开漂移校正功能，一旦打开漂移校正，终止滴定的条件由漂移校正模式以及相应的漂移量决定。

校正模式有两个选项：绝对漂移、相对漂移。选择绝对漂移时，仪器在终点阶段测量得到的漂移量必须小于用户手动设定的漂移量（手动校正）、或者仪器在预滴定时测定的漂移量（自动校正）才终止滴定；由于有些滴定在预滴定时测得的漂移量与添加样品后测定的漂移量有差异，导致滴定始终无法终止，此时，需要用相对漂移模式，仪器将会在绝对漂移量上增加一个相对漂移值，从而顺利结束滴定。即：绝对漂移时，当添加量小于设置的漂移量（手动）、实际的漂移量（自动）时滴定结束；相对漂移时，当实际的漂移值小于实际添加量与相对漂移量之和时滴定结束。

4 仪器结构及安装

4.1 仪器结构

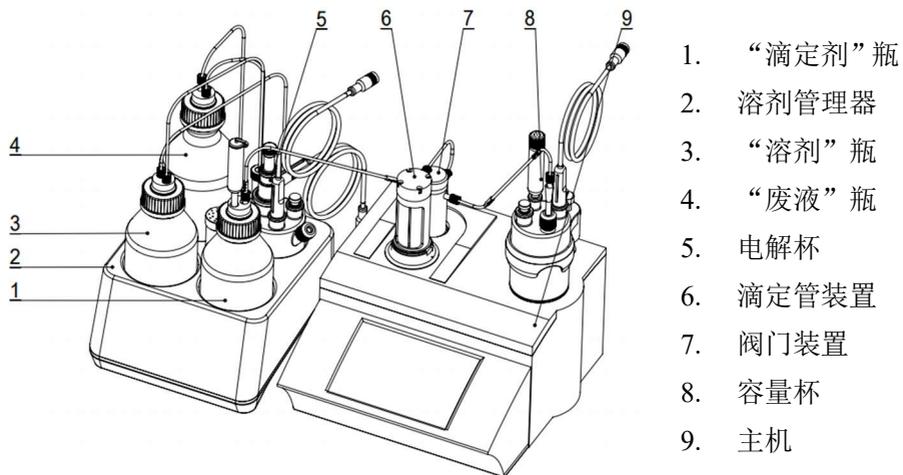


图 4-1 主机及溶剂管理器示意图

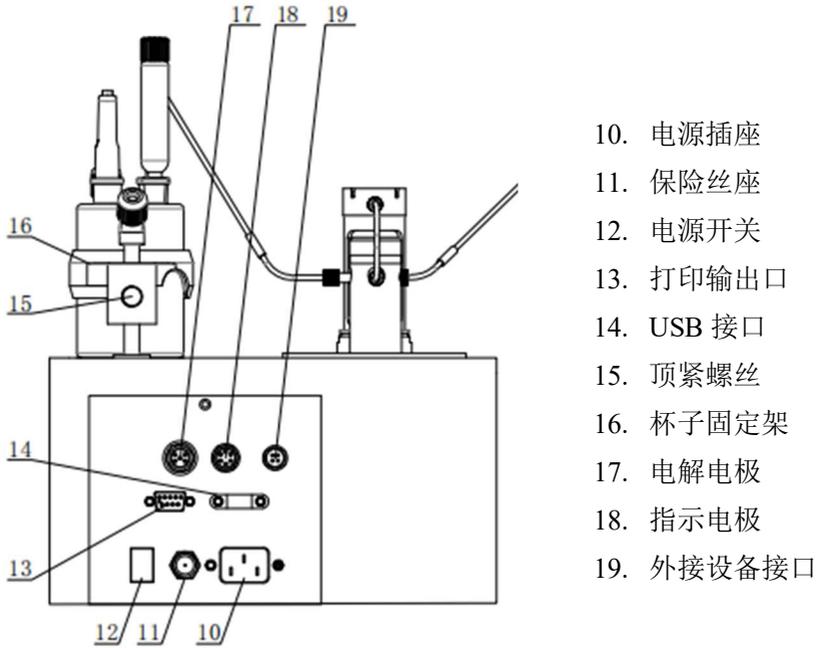


图 4-2 主机背面示意图

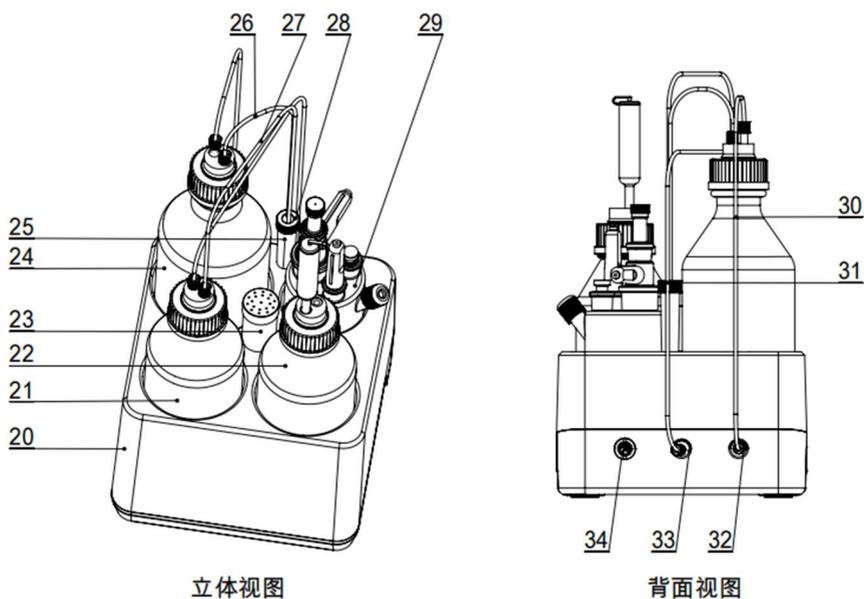


图 4-3 溶剂管理器示意图

20. 溶剂管理器
21. “溶剂”瓶
22. “滴定剂”瓶
23. 干燥筒
24. “废液”瓶
25. 进液废液管路放置筒
26. 废液管（废液通过管接头至容量杯/电解杯）
27. 进液管（进液通过管接头至容量杯/电解杯）
28. 管接头
29. （容量杯/电解杯）放置处
30. 废液进气管（废液管与溶剂管理器背面相连）

31. 进液进气管（进液管与溶剂管理器背面相连）
32. 废液接口
33. 进液接口
34. 外接设备接口

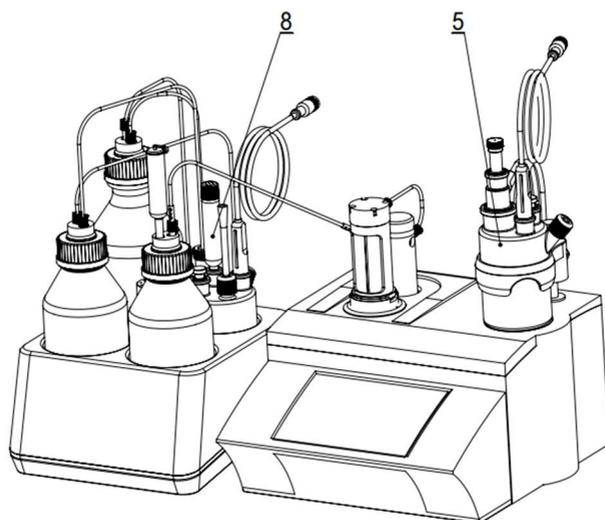


图 4-4 主机（库仑法）仪器示意图

（注：与图 4-1 中 容量杯与电解杯进行位置互换）

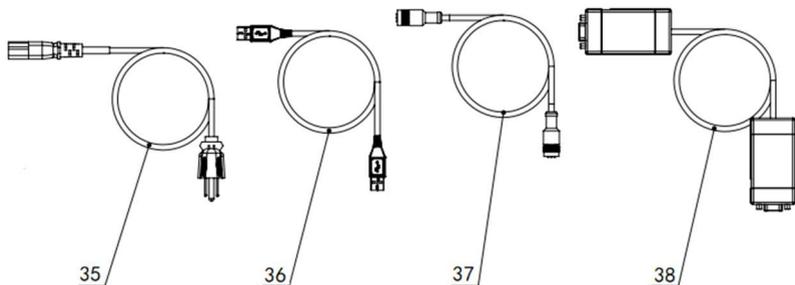


图 4-5 仪器配件（连接线）示意图

- 35. 电源线
- 36. USB 通讯连线
- 37. 主机与溶剂管理器专用连线
- 38. RS-232 打印机连线

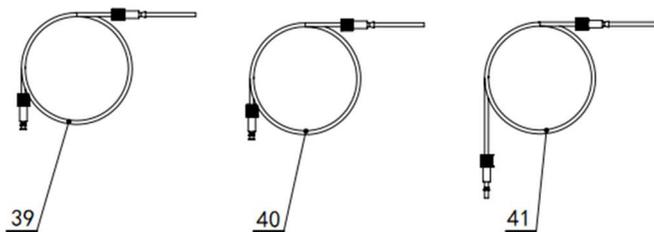


图 4-6 仪器配件（管路）示意图

- 39. 废液进气管（长度 520mm，单侧翻边，翻边处与溶剂管理器废液接口相连；另一处与“废液”瓶相连，并伸入瓶内 60mm）
- 40. 进液进气管（长度 580mm，单侧翻边，翻边处与溶剂管理器

进液接口相连；另一处与“溶剂”瓶相连，并伸入瓶内 60mm)

41. 废液管（长度 800mm，无翻边，一处与“废液”瓶相连，并伸入瓶内 60mm；另一处伸入容量杯或者电解杯底部）

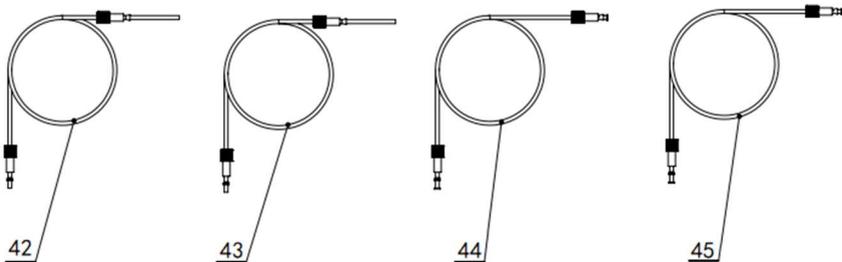


图 4-7 仪器配件（管路）示意图

42. 进液管（长度 800mm，无翻边，一处与“溶剂”瓶相连，并伸入瓶子底部；另一处伸入容量杯或者电解杯约 30mm）

43. 滴定管（长度 700mm，单侧翻边，翻边处与滴定三通阀相连；另一处与“滴定剂”瓶相连，并伸入瓶底部）

44. 泵管（长度 240mm，双侧翻边，翻边处与滴定三通阀相连；另一处与滴定管相连）

45. 防扩散管（长度 450mm，双侧翻边，翻边处与滴定三通阀相连；另一处与防扩散管的接头相连）

4.2 仪器的安装

本仪器支持两种不同方法测量样品中的水分含量，包括容量法、库仑法。

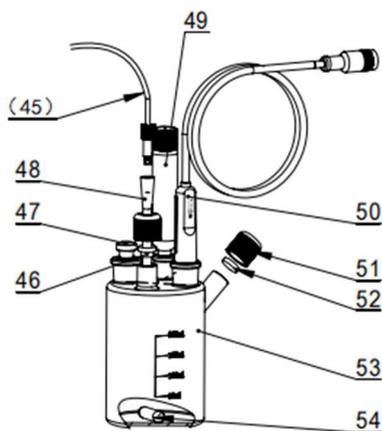
不同的测量要求，需要不同的测量方法，通常常量水分用容量法（又称滴定法）、微量水分用库仑法。

容量法水分仪包括防扩散管、滴定管和阀、容量杯；连接滴定管道、指示电极、外接设备等步骤，各部分正确安装后才能保证整个仪器的正常工作。

库仑法水分仪包括电解杯、电解电极、指示电极、干燥筒等。

4.2.1 防扩散管和容量杯（容量法）

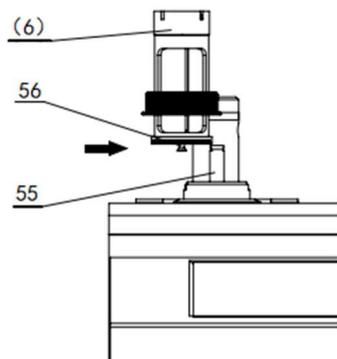
先按图 4-1 与图 4-2 所示，把杯子固定架(16)中心孔套入主机上的定位螺钉上，然后拧紧顶紧螺丝(15)，固定好杯子固定架；在容量杯(8)中放入搅拌珠。



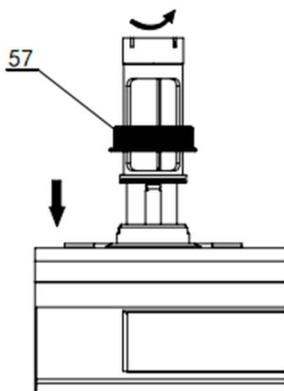
- 46. 滴定垫圈
- 47. 玻璃塞
- 48. 防扩散滴定管
- 49. 气体干燥塔
- 50. 指示电极
- 51. 带孔螺母
- 52. 硅胶垫片
- 53. 容量杯
- 54. 搅拌珠

图 4-8 容量杯结构示意图

4.2.2 滴定管装置和阀（容量法）



- 55. 顶杆
- 56. 滴定管活塞杆



- 57. 紧固螺母

图 4-9 滴定管装置及阀（容量法）示意图

将主机放在试验台上，按图 4-9 安装滴定管，安装时注意活塞杆头(55)水平推进主机上顶杆(56)的倒 T 形槽内并保证其同心度，再连同滴定管装置向下摁，同时滴定管装置卡至主机的卡槽内，最后旋紧滴定装置紧固螺母(57)即可。

4.2.3 安装指示电极等（容量法）

- 1) 通过锥形孔轻轻放入搅拌珠；
- 2) 将指示电极锥形口涂抹真空润滑硅脂，将指示电极插入容量杯的锥形口（靠近斜口处）；指示电极的导线插头连接至主机背面的“指示电极”的接口（图 4.2 序号 18）；
- 3) 气体干燥塔盖子拧开加入适量的干燥剂，然后旋转拧紧盖子，在锥形口涂抹真空润滑硅脂插入容量杯的锥形口（防扩散管口对面）；
- 4) 将防扩散滴定管(48)，套上带孔螺母(51)并穿过滴定垫圈(46)，然后拧紧带孔螺母到容量杯的螺柱口上，此时调节其防扩散滴定管的底部与指示电极底部相平；
- 5) 侧斜螺纹接口涂抹少许真空润滑硅脂，硅胶垫片压至容量杯的侧斜螺纹接口的端面上，用带孔螺母拧紧；
- 6) 玻璃塞锥形口涂抹真空润滑硅脂插入容量杯的锥形口。

4.2.4 管道连接（容量法）

管道是溶液正确流通的通道，管道的正确连接和密封性是水分测量的基本保证。所有需要连接的管道包括滴定阀体、容量杯、KF 试剂以及溶剂管理器等，参见图 4-8、图 4-9、图 4-10。

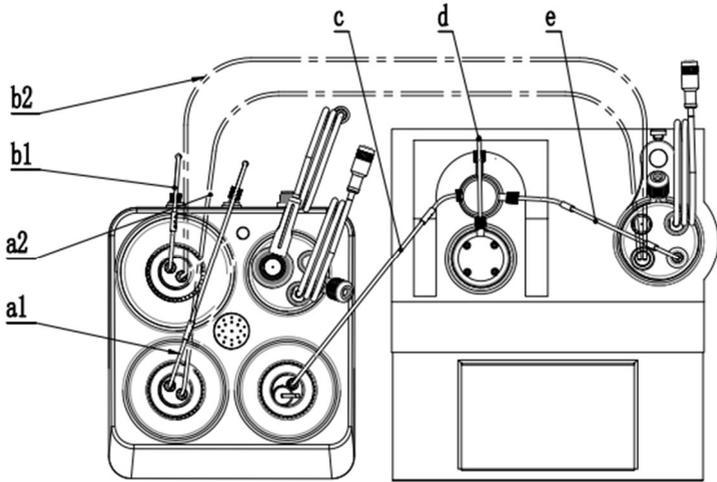


图 4-10 管道连接（容量法）示意图

■ “溶剂”瓶管道安装

a1) 此为序号 40 进液进气管：长度 580mm，单侧翻边，翻边处与溶剂管理器进液接口相连；另一处与“溶剂”瓶相连，并伸入瓶内约 60mm。

（注：此处需要调试人员调试确认管道伸入“溶剂”瓶内约 60mm。）

a2) 此为序号 42 进液管：长度 800mm，无翻边，一处与“溶剂”瓶相连，并伸入瓶子底部；另一处通过管接头（图 4-3 序号 28），由管接头的锥形面（涂抹硅脂）与容量杯密封安装，并管道伸入容量杯约 30mm。

（注：此处需要调试人员调试确认管道伸入“溶剂”瓶底部；伸入容量杯约 30mm。）

■ “废液”瓶管道安装

b1) 此为序号 39 废液进气管：长度 520mm，单侧翻边，翻边处与溶剂管理器废液接口相连；另一处与“废液”瓶相连，并伸入瓶内约 60mm。

（注：此处需要调试人员调试确认管道伸入“废液”瓶内约 60mm。）

a2) 此为序号 41 废液管：长度 800mm，无翻边，一处与“废液”瓶相连，并伸入瓶内约 60mm；另一处通过管接头（图 4-3 序号 28），由管接头的锥形面（涂抹真空润滑硅脂）与容量杯密封安装，并伸入容量杯底部。（注：此处需要调试人员调试确认管道伸入“废液”瓶内约 60mm；容量杯底部。）

c：“滴定剂”瓶与阀门装配的三通阀相连，此为序号 43 滴定管：长度 700mm，单侧翻边，翻边处与滴定三通阀相连；另一处与“滴定剂”瓶相连，并伸入瓶底部。（注：此处需要调试人员调试确认管道伸入“滴定剂”瓶底部。）

d：阀门装配的三通阀与滴定管装配的管道接头相连，此为序号 44 泵管：长度 240mm，双侧翻边，翻边处与滴定三通阀相连；另一处与滴定管相连。

e：阀门装配的三通阀与防扩散管的管道接头相连，此为序号 45 防扩散管：长度 450mm，双侧翻边，翻边处与滴定三通阀相连；另一处与防扩散管的接头相连。

4.2.5 连接溶剂管理器

用专用连接线（序号 37）将主机和溶剂管理器连接起来，连接线一头接主机“外接设备接口”（图 4-2 序号 17）插口，一头接溶剂管理器的“外接设备接口”（图 4-3 序号 34）插口。

4.2.6 安装电解杯（库仑法）

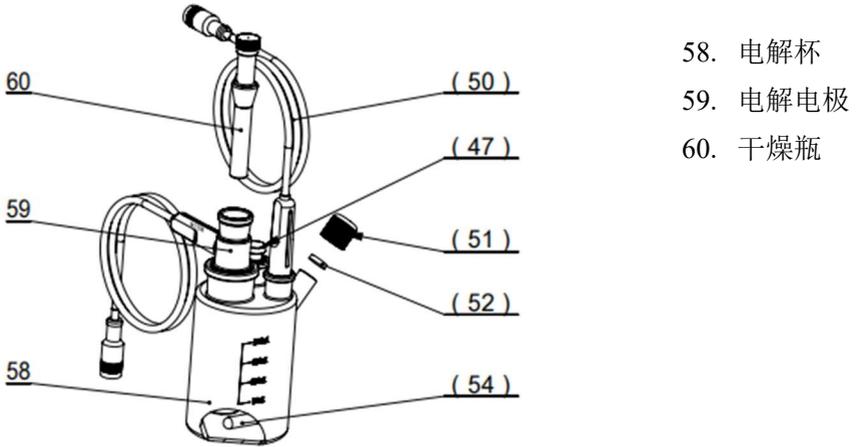


图 4-14 电解杯结构示意图

- 1) 先将电解杯放于杯子固定架上并用顶紧螺丝固定；
- 2) 通过锥形孔轻轻放入搅拌珠；
- 3) 侧斜螺纹接口涂抹少许硅脂，硅胶垫片压至容量杯的侧斜螺纹接口的端面上，用带孔螺母拧紧；
- 4) 安装指示电极：在指示电极锥形口处涂抹真空润滑硅脂，然后装在电解杯上；指示电极的导线插头连接至主机背面的“指示电极”的接口（图 4.2 序号 18）；
- 5) 玻璃塞锥形口涂抹真空润滑硅脂插入电解杯的锥形口；

6) 将干燥瓶上端螺帽拧开加入干燥剂, 然后拧上螺帽, 在干燥瓶锥形口处涂抹真空润滑硅脂, 然后将其安装在电解电极上; 在电解电极锥形口处涂抹真空润滑硅脂, 然后安装在电解杯上; 电解电极的导线插头连接至主机背面的“电解电极”的接口(图 4-2 序号 19)。

**【注意】**

空气湿度会影响水分测量, 通过干燥剂(分子筛或者硅胶)密封滴定杯和电极, 因为干燥剂可以吸收水分防止进入滴定体系。因为干燥剂的能力有限, 可以通过其颜色判断其失效与否。因为干燥剂可以再生, 可以通过加热方式释放其中水分, 达到重复利用。例如硅胶在 150℃, 24 小时条件再生, 分子筛加热 300℃, 24 小时再生。

4.2.7 连接电源线

将国际通用电源线插入电源插座(图 4-2 序号 10)内; 拧下保险丝座(图 4-2 序号 11)上的保险丝盖, 装入备件中的保险丝 $\Phi 5 \times 20(3A)$, 然后拧紧保险丝盖, 参见图 4-2。

**【注意】**

仪器出厂前已装好保险丝。

4.2.8 连接打印机

如果用户需要打印数据, 请将串口打印机连线(图 4-5 序号 38)一头插入后面板的打印输出口(图 4-2 序号 13)内, 另一头连接用户选购的串口打印机。

4.2.9 连接卡氏炉

如果用户配置卡氏炉, 使用卡氏炉进行进样, 请将串口线一头插入后面板的打印输出口(图 4-2 序号 13)内, 另一头连接至卡氏炉。

使用时，先打开卡氏炉，再打开仪器。

本仪器兼容了两种方法容量法和库仑法；并配备了溶剂管理器（用于自动进排液），在使用容量法时，将容量杯中的玻璃塞取出，将溶剂管理器的进排液使用的管接头（图 4-3 序号 28）涂抹真空润滑硅脂旋转旋入容量杯的锥形接口中，通过仪器操作实现溶液自动进排。

同理在使用库仑法时，将电解杯中的玻璃塞取出，将溶剂管理器的进排液使用的管接头（图 4-2 序号 28）涂抹真空润滑硅脂旋转旋入电解杯的锥形接口中，通过仪器操作实现溶液自动进排。

5 仪器功能介绍

5.1 按键功能

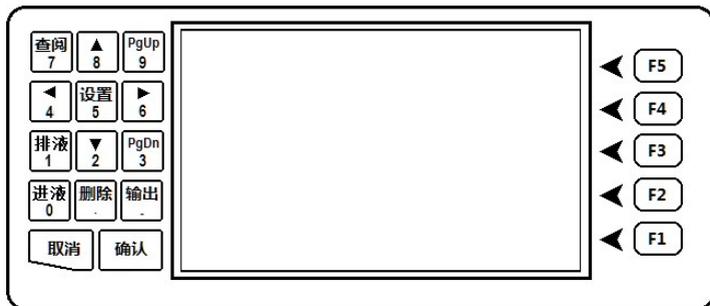


图 5-1 仪器按键示意图

本仪器共有 19 个键，分别为：7/查阅、8/▲、9/PgUp、4/◀、5/设置、6/▶、1/排液、2/▼、3/PgDn、0/进液、./删除、-/输出、确认键、取消键以及 F1、F2、F3、F4、F5 等功能键。按键分两部分排列在液晶的左右，左面为数字复合键和确认键、取消键；右侧为 F1~F5 功能键，通常，用户只需要使用 F1~F5 等功能键即可完成操作。

除确认、取消键外，负号、小数点和(0~9)数字键全部被设计为功能复合键。当用户需要输入数据、设置参数时，复合键即为数字键功能；在其他情况下，数字键功能不起作用，复合功能有效，下面为详细的按键功能介绍。

表 5-1 仪器按键功能说明

序号	按键	说明	备注
1	1/排液键	输入数字 1	执行滴定杯中试剂的排液功能；对应库仑法，排液功能无效
2	2/▼ 键	输入数字 2	向下移动菜单高亮条，设置参数时参数值减 1
3	3/PgDn 键	输入数字 3	菜单操作时向下翻页
4	4/◀ 键	输入数字 4	向左移动光标
5	5/设置键	输入数字 5	执行设置功能

表 5-1 仪器按键功能说明（续）

序号	按键	说明	备注
6	6/▶键	输入数字 6	向右移动光标
7	7/查阅键	输入数字 7	查阅测量结果、存贮数据等
8	8/▲键	输入数字 8	向上移动高亮条或者设置参数时参数值加 1
9	9/PgUp 键	输入数字 9	菜单操作时向上翻页
10	0/进液键	输入数字 0	执行将 KF 试剂 A 吸进滴定杯的功能；对应库仑法，排液功能无效
11	./删除键	输入小数点	查阅存贮数据时可删除数据
12	-/输出键	输入负数的符号	在查阅存贮数据、测量结果、测量状态下可以输出相应结果
13	确认键	对应绝大多数功能	按确认键表示用户认可相应的操作
14	取消键	对应绝大多数功能	按取消键表示用户放弃相应的操作
15	F1~F5 功能键	最常使用的键	通常仪器主要的功能操作可由该五个键来实现，其实际功能会随不同的模块而不同，其含义由显示屏右面相应按键对应的文字确定。

仪器在起始状态下，显示如下：

F5 功能键对应滴定功能；F4 功能键对应清洗功能；F3 功能键对应补液功能；F2 对应功能选择；F1 功能键对应搅拌功能。按相应的功能键即可进入相应的功能模块。如按“F5”键，仪器进入滴定功能。如果功能键对应液晶显示为空白，则表示相应功能键此时不起作用。

5.2 开机界面

ZDY-504 型水分测定仪开机将显示仪器型号、名称以及软件版本等信息，完成自检后仪器自动进入起始状态，如下图。仪器显示当前的电位值、上次执行的滴定模式；仪器屏幕右侧显示当前可以使用的功能按键，下方显示有滴定仪、搅拌器的状态。如果用户支持卡氏炉，则显示当前卡氏炉的状态。本状态称仪器的起始状态，仪器所有的操作都从这里开始。



图 5-2 初始界面显示示意图

此时，用户按滴定键可以开始滴定功能；按清洗键将清洗滴定管；按补液键完成补液功能；按搅拌键可以开关搅拌器或者设置搅拌器的搅拌速度；按功能键选择进液、排液、混合 KF 试剂、清洗滴定杯等功能；按设置键可设置系统时间、操作者编号、设置输出类型；按查阅键可查阅上次滴定结果、查阅存贮的滴定结果。

5.3 系统设置

在仪器的起始状态下，按“设置”键，仪器将弹出设置菜单，如图 5-3。按方向键来移动高亮条至所需设置的参数上，然后按确认键，即可进入相应的参数设置模块。

仪器的参数设置包括更换测量类型、设置系统时间、设置操作者编号、设置搅拌器速度、设置输出类型、设置极化电流，设置卡氏炉等。

为了确保用户正确、更好地使用仪器，用户第一次使用时，必须检查一遍仪器所设置的参数是否符合自己的使用条件，若不符合，就必须重新

设置所需的参数，确保仪器正确的工作。平常使用时，用户如果发现某些使用条件或日期、时间有误时，需重新设置相应的参数。



图 5-3 设置界面显示示意图



【注意】

仪器具有断电保护功能。仪器正常或者非正常断电情况下，所有设置的参数不会丢失。

5.3.1 设置测量类型

在起始状态下，按“设置”键选择“更换测量类型”，显示如图，用户按照实际需要选择即可。例如容量法卡尔费休水分测量，必须选择容量法水分测量！

本仪器支持容量法、库仑法测量常量水分或者微量水分，对应不同的测量需求，由于使用方法不同，测量原理、使用设备都完全不同，用户必须正确选择相应的测量类型。

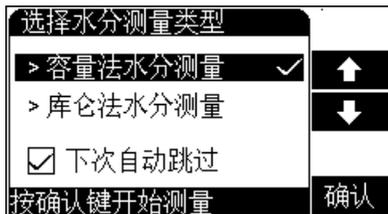


图 5-4 选择测量类型显示示意图

5.3.2 设置系统时间

在仪器起始状态下，按“设置”键选择“设置系统时间”项，显示如图，用户移动相应时间项并修改即可。

仪器按照系统时间进行相关时间控制、判断，如果时间不准，用户可以手动修改。



图 5-5 按键数字输入法界面示意图

5.3.3 设置操作者编号

在仪器的起始状态下，按“设置”键并选择“设置操作者编号”项，用户按设置键直接输入合适的操作者编号即可。

仪器允许用户设置一个编号作为记录 GLP 规范的一部分；允许设置的范围为 0~200。



【注意】

用户所有的滴定结果，仪器将自动包含操作者编号、时间等符合 GLP 规范的信息。

5.3.4 设置搅拌器速度

在仪器起始状态下，按“设置”键选择设置搅拌器即可，显示如图 5-6。用户按实际需要打开或者关闭搅拌器。按“++”或者“--”键用户可逐档调节搅拌速度，或者按“设置”键直接输入。搅拌器速度调节范围为 0~45。

搅拌速度设置当看见明显的漩涡时即达到最佳的速度。如果速度太快，则可能产生气泡；而速度太慢，则会导致滴定变慢。同时搅拌过程中，需要避免碰到电极或者加液管等。

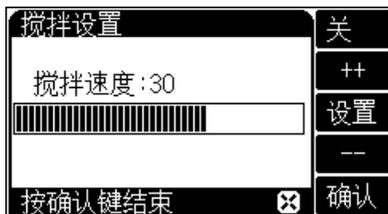


图 5-6 搅拌设置显示示意图

5.3.5 设置输出类型

在仪器起始状态下按“设置”键选择设置输出类型项，即显示如图 5-7，用户可按需要选择接口。

本仪器支持两种接口，一种为打印接口、另一种为 PC 接口。打印接口支持串口打印机，用户可以连接串口打印机将测量结果直接打印出来；USB 接口可以连接 PC 机，也可以连接专用控制软件，或者输出测量结果等。

如果用户选购串口打印机，建议联系本公司并采购对应型号打印机。

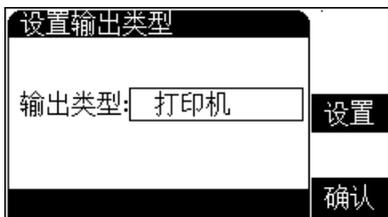


图 5-7 设置输出类型显示示意图

5.3.6 设置极化电流

仪器支持 $1\mu\text{A}$ 、 $50\mu\text{A}$ 两档极化电流，对于反应偏慢、突跃不明显的

KF 试剂，可以选择 50 μ A 档极化电流，反之亦然。



【提示】

库仑法测试过程中只能设置 1 μ A。

5.3.7 设置滴定管

水分仪滴定管类型为 10mL 滴定管，每当更换新的滴定管时，必须同步更新滴定管系数。一般默认滴定管系数为 100%。

5.3.8 设置卡氏炉

如果用户选择配置卡氏炉进行进样，那么必须由系统设置菜单，选择打开自动检测卡氏炉。

打开后，仪器会自动检测卡氏炉是否连接；允许设置卡氏炉的温度、流量；在测量中自动控制卡氏炉进样等。



【提示】

由于仪器只有一个 RS232 串口，如果配置卡氏炉进样，那么此时无法进行 PC 软件控制；反之，如果选择 PC 软件连接仪器，那么必须关闭自动检测卡氏炉。

5.4 容量法功能参数

5.4.1 清洗功能

容量法卡尔费休水分测量过程中，使用滴定管定量推动滴定剂到滴定杯中，而滴定管需要定期清洗，特别是长期不使用或者更换滴定剂。

本功能允许清洗滴定管。在仪器起始状态下，按“清洗”键，仪器显示如下，图中数字为需要清洗的次数。本仪器支持两种清洗速度，用户可以自由选择。

此时，按“++”键可以逐次增加清洗次数；按“--”键逐次减少清洗次数（或者按“设置”键直接键入清洗次数）。设置完毕，按“开始”键开始清洗。

清洗完毕，自动返回起始状态。

在仪器清洗过程中，用户随时可按“终止”键终止清洗，仪器停止清洗，询问用户是否终止清洗，此时，按“确认”键，仪器将终止清洗返回起始状态，按“取消”键仪器将继续清洗。

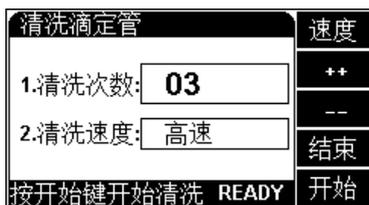


图 5-8 清洗显示示意图



【注意】

- 清洗过程不能选择去离子水或者其他水相溶液，应选择无水乙醇进行清洗；
- 滴定管残余液浓度与清洗次数有密切的关系。若滴定后未清洗干净，残余溶液较多，将造成用户滴定剂消耗较多，分析误差较大；
- 要控制滴定剂误差小于千分之一，需用已知滴定剂至少清洗九次；
- 更换滴定剂时需彻底清洗残余滴定剂，至少自动清洗九次；
- 手动清洗残余滴定剂，可减少滴定剂浪费；注意推杆工具使用方法，机械装置安装细节。

5.4.2 补液功能

容量法卡尔费休水分测量过程中，使用滴定管定量推动滴定剂到滴定杯中，当滴定管中试剂消耗殆尽则需要对滴定管中进行补液操作。

在仪器起始状态下，按“补液”键，仪器提示，按“确认”键开始补液。补液完毕，仪器自动返回起始状态。在仪器的补液过程中，用户随时可以按“终止”键终止补液。



【注意】

每次滴定结束，仪器会自动补液。

5.4.3 排液功能

排液功能可以将滴定杯里面的试剂直接排空。当用户发现滴定杯里面的溶液需要更换。或者反复滴定后，滴定杯里面的溶液较多需要排出去一部分时可以使用本功能。

在起始状态下，按“功能”键选择排液功能项或者按“排液”键即可进入排液功能，如图显示。

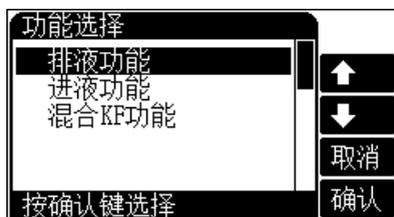


图 5-9 清洗显示示意图

用户按“排液”键可打开控制开关将滴定杯里面的溶液排出去。排液结束，按“终止”键关闭控制开关。完成排液后，按“结束”键退出排液功能。



【警告】

排液时请注意排液是否畅通,如果发现使用一段时间后排液变慢,有可能是 KF 试剂中的碘结晶导致排液管道变小,此时可以用无水乙醇反复执行进液、排液过程多次,达到清洗管道的目的。

5.4.4 进液功能

本功能可以将 KF 试剂“溶剂”吸入到滴定杯中。

在起始状态下,按“功能”键选择进液功能项或者按“进液”键即可进入进液功能,如图。



图 5-10 进液功能显示示意图

用户可以按“++”或者“-”键调节进液量。设置好进液量后,用户按“进液”键可打开控制开关将 KF 试剂吸入滴定杯里面。当吸入的 KF 试剂达到设定的进液量时,仪器进液自动结束。在进液过程中,用户可以随时按“终止”键关闭进液。进液结束,按“结束”键退出进液功能。

5.4.5 试剂混合功能

KF 试剂 B 液长时间不使用后,会有沉淀现象出现,使用前最好进行充分混合,本功能可以帮助实现该功能。在起始状态下,按“功能”键选择混合 KF 功能项即可。

本功能类似于滴定管清洗功能,用户可以设定混合速度以及混合的次数。设置完毕,按“开始”键开始混合。在混合过程中,用户可以随时按

“取消”键终止混合。

5.4.6 容量法滴定参数

在仪器起始状态下，按“滴定”键，仪器进入“选择滴定模式”界面，选择“自动滴定”，按确认键进入容量法滴定参数设置界面。

如果选择卡氏炉进样，则选择“卡氏炉滴定”或者“卡氏炉空白”，相比“自动滴定”模式，卡氏炉滴定模式会多出：空白类型、空白值、卡氏炉进样时间、温度、流量。

如果选择卡氏炉，则必须在系统设置中打开自动检测，允许仪器连接卡氏炉。

■ 极化电流和终点电位

不同的终点对应不同的极化电流。极化电流越高，需要碘过量的越多，以便使离子导电达到终点。但是为了精确控制测量结果，碘过量的越少越好，因此极化电流需要较低值。然而极低的极化电流，滴定终点电位突跃越小越陡，导致滴定难以在正确的时间停止，有过滴定的风险。

当极化电流变化时，终点电位需要对应改变，例如 $1\mu\text{A}$ 极化电流对应 40mV 适用于低含水量样品、 $50\mu\text{A}$ 极化电流对应 200mV 适用于高含水量样品。

■ 结束体积

结束体积参数是为了保证由于滴定剂过量添加而发生溢出等异常情况，从而导致仪器损坏而对您造成不必要的损失而设计的，仪器在滴定过程中，会自动判断总的添加体积，一旦添加的体积量超过设定的结束体积时，仪器将暂停滴定，并提示用户是否真正结束滴定，用户按实际需要选择操作即可。

滴定结束体积根据样品含水量和滴定剂的滴定度而定，例如当使用 5mg/mL 的滴定剂测量 500mg 、 10mg/g 液体水标准物质，此时消耗的滴定剂体积为 1mL ，我们设置的结束体积应不小于 1mL 。另外考虑到滴定杯的

溶剂我们不能把结束体积设置过大，避免滴定还没结束滴定杯中已经充满试剂造成溢出。

■ 搅拌速度

对应某些滴定，可能用户需要不同的搅拌速度来调节滴定的化学反应速度。用户可以按照实际需要设置此参数。滴定开始时，仪器会自动按此速度搅拌。



【提示】

对于滴定结果以及整个滴定时间，搅拌速度可能是个很大的影响因素。用户应尽量使用适宜的搅拌速度值，以增加反应速度，缩短滴定时间，但是要避免气泡。

当搅拌出现明显的漩涡时候即达到最佳搅拌速度。速度太慢会使得滴定速度变慢或者电位不稳定过滴定情况；过快则会产生气泡，干扰测量。

■ 滴定速度

滴定速度包含四个类型：快速、中速、慢速和极慢。在实际测试过程中根据含水量来选择滴定速度。

■ 空白（卡氏炉滴定）

选择卡氏炉滴定时，测试时间较长，通常会有空白值。仪器允许选择手动输入测定的空白平均值，或者选择自动空白值。自动空白即为连续平行测定(3~5)次的样品空白值。用户选择“卡氏炉空白”模式进行测试。

■ 卡氏炉进样时间（卡氏炉滴定）

在卡氏炉进样时，样品水分萃取需要一定的时间，为了防止提前判定终点，我们需要设置一个卡氏炉进样时间。在设定的时间内，不进行终点判断，这样保证样品水分完全吹出。在测试过程中，根据含水量的大小，需要调整该时间。

■ 卡氏炉温度（卡氏炉滴定）

设置该参数可以调整卡氏炉温度，选择样品允许的最高温度（高温意味着缩短分析时间）。加热过程中不可将样品分解掉，只允许分解出水分，不能有氧化物质。

■ 卡氏炉流量（卡氏炉滴定）

应将气流尽量调小。特别对非常潮湿的样品要注意，不能太快太多地将水量引入滴定管中。在加热管中还有可能形成冷凝。在容量杯中的工作介质必须能马上将排出的水份吸收。理想的流速为 40 至 60 mL/min。

■ 终点延时时间

滴定达到终点后，电位剧烈变化，随着 KF 试剂搅拌均匀电位又快速回升，因此有必要设置一定的延时时间，在这段时间内，如果电位回到高位则仪器将继续滴定下去，一直到电位保持终点附近不变并持续延时一定的延时时间，则滴定结束。仪器默认终点延时时间为 60s。



【提示】

当终点延时时间设定为 999s 时，预滴定模式等同于恒滴定模式。

■ 漂移校正、校正模式、校正漂移量参数

尽管整个滴定系统设计为全密封，但是无法保证完全不漏。如果需要考虑漂移，则可以打开漂移校正功能，一旦打开漂移校正，仪器终止滴定的条件由漂移校正模式以及相应的漂移量决定。

漂移校正有三个选项：关闭、手动、自动。“关闭”表示漂移校正不起作用；“手动”表示漂移量由用户自己设定，“自动”表示漂移量由系统实际测量得到。

校正模式有两个选项：绝对漂移、相对漂移。选择绝对漂移时，当使用仪器手动漂移校正，仪器在终点阶段测量得到的漂移量必须小于用户手动设定的漂移量（手动校正）才终止滴定；使用仪器的自动漂移校正，仪

器在终点阶段测量得到的漂移量必须小于仪器在预滴定时测定的漂移量（自动校正）才终止滴定；

由于有些滴定在预滴定时测得的漂移量与添加样品后测定的漂移量有差异，导致滴定始终无法终止，此时，需要用相对漂移模式，仪器将会在绝对漂移量上增加一个相对漂移值，从而顺利结束滴定。即：绝对漂移时，当添加量小于手动漂移校正时设置的漂移量或小于自动漂移校正时实际的漂移量时滴定就会结束；相对漂移时，当实际的漂移值小于实际添加量与相对漂移量之和时滴定结束。

正常情况下选择相对漂移校正模式，它与初始漂移无关，因此是最常用的终止方式，相对漂移值大小影响测量结果的重复性和时间。当低值相对漂移校正，结果重复性好、滴定时间长；高值相对漂移校正，重复性差、滴定时间短。通常容量法相对漂移值(2~5) $\mu\text{g}/\text{min}$ 。

用户使用方向键移动高亮条至相应参数上，按“设置”键即可更改参数项或修改参数值。修改完毕，按“开始”键，开始滴定。



图 5-11 自动滴定模式参数显示示意图

■ 滴定度参数

如果用户事先知道添加 KF 试剂滴定剂的滴定度值，则可以设置此参数。本参数在最后滴定结束时参与计算样品结果。

当使用全新的 KF 试剂滴定剂（即更换 KF 试剂）后，由于 KF 试剂滴定剂滴定度与实际标称的 KF 滴定度会有很大的差异，用户必须重新进行 KF 滴定度测定，否则将直接影响测量结果。

■ 终点电位参数

不同的滴定剂、极化电流可能有不同的终点电位，仪器允许设置终点电位。

■ 结果单位选择参数

仪器支持 mg、mg/L、%、ppm 等多种测量结果单位，用户按实际需要选择。本参数在进样时显示。

■ 样品体积（样品质量）参数

本参数对应测量结果。当用户选择结果单位为 mg/L 时，用户需要输入样品的体积值(mL)；其他，用户需要设置样品的质量(mg)。本参数在进样时显示。

■ 恢复默认参数

当用户因不当操作，或者其他原因导致设置的参数值异常，最终使滴定无法完成时，可以使用此功能。仪器将自动恢复默认的参数，这些参数将满足用户在绝大部分情况下的使用。

默认参数设置为：

表 5-2 仪器主要功能参数

参数	参数值
极化电流	50 μ A
搅拌速度	30
滴定速度	慢速
空白（卡氏炉滴定）	由测量所得
卡氏炉进样时间（卡氏炉滴定）	500s
卡氏炉温度（卡氏炉滴定）	150 $^{\circ}$ C
卡氏炉流量（卡氏炉滴定）	60mL/min
终点延时	60s

表 5-2 仪器主要功能参数（续）

参数	参数值
终点电位	200mV
KF 滴定度	5.000mg/mL
漂移校正	关闭
结束体积	20.000mL
结果单位	mg
样品质量	30.000mg

5.4.7 容量法测量的滴定模式

卡尔费休容量法测定模式，其过程和电位变化为：开始时，滴定杯里面有水分，电位值较高（300mV 以上），添加 KF 试剂后，开始时电位变化缓慢，当添加的 KF 试剂到达滴定终点时，电位变化激烈，从高电位下降到终点以下，随着 KF 试剂搅拌均匀后，电位又快速回到高电位，如此重复多次，最后直到添加 KF 试剂后电位没有回到高位，则滴定结束，由滴定所添加的 KF 试剂量即可得到样品的体积。

本仪器提供以下几种容量法滴定模式：重复上次滴定、自动滴定模式、恒滴定模式、滴定度测定模式、卡氏炉滴定和卡氏炉空白。

- 重复上次滴定模式：为了方便用户使用而设置。每当用户进行过一次滴定后，用户可以直接选择“重复上次滴定”来重复上一次的滴定过程，方便用户操作而无需设置上一次的滴定参数；
- 自动滴定：如果用户已经知道样品的终点值，则可以使用自动滴定模式测量样品。用户设置相应控制参数后，按“滴定键”后仪器即自动开始滴定；
- 恒滴定：本滴定模式适用于某些特殊情况，比如需要一直保持无水状态的连续滴定；
- 滴定度测定：通常，实验过程使用已知滴定度的 KF 试剂测量样品水含量。本模式是使用一定量标准水样测定实际 KF 试剂滴定

度的测量方法：

- 卡氏炉滴定：本模式需要连接卡氏炉仪器使用，特定的样品需要用卡氏炉进样的，在滴定时选择该模式；
- 卡氏炉空白：本模式需要连接卡氏炉仪器使用，测定进样瓶空白时选择该模式。

通常容量法水分测量实验过程使用自动滴定模式即可，但是当仪器首次使用或者长时间未使用，需要先进行滴定度测定，然后再选用自动滴定模式。

5.5 库仑法功能参数

5.5.1 电解测试功能

库仑法水分测定过程中，需要将碘离子电解反应生成碘单质，而电解能力的强弱决定了水分测量的时间。

本仪器支持 10mA、20mA、50mA、100mA 等 4 种电流档的电解电流。如果有必要，用户可以测试电解电流，本功能相当于手动电解。

在起始状态，按“测试”键即可进入测试功能，显示如图。仪器显示有当前电位值、电解速率档、以及每档电流总的电解时间。

对应 10mA、20mA、50mA、100mA 等 4 种电流档，实际的电解速率分别为 $1\mu\text{g}(\text{H}_2\text{O})/\text{s}$ 、 $1.86\mu\text{g}(\text{H}_2\text{O})/\text{s}$ 、 $5\mu\text{g}(\text{H}_2\text{O})/\text{s}$ 、 $10\mu\text{g}(\text{H}_2\text{O})/\text{s}$ 。



图 5-12 电解测试功能显示示意图

用户选择电解速率档次后，按“开始”键即可打开电解电流，进行测试！按“终止”键完成测试。



图 5-13 电解测试功能显示示意图

5.5.2 库仑法测量参数

对于库仑法测量水分过程需要设置一些参数，才能保证正常使用。在起始状态按“测量”键选择“自动测量”即可查阅测量参数，如图。

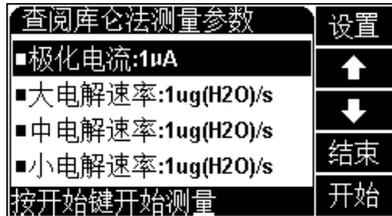


图 5-14 库仑法测量参数显示示意图

库仑法测量（微量水分），基本的测量参数有极化电流、大电解电流、中电解电流、小电解电流、预控电位 1、预控电位 2、终点电位、回差电位、平衡时间、最大测量次数、漂移校正、校正模式、最大测量时间、结果单位、样品量、样品单位等。

■ 极化电流参数

不同的终点对应不同的极化电流。当极化电流变化时，终点电位需要对应改变，例如通常 $1\mu\text{A}$ 极化电流对应 40mV 。库仑法仅有 $1\mu\text{A}$ 档极化电流。

■ 大电解电流、中电解电流、小电解电流参数

电解电流由卡尔费休水分测量的基本反应机制决定，整个过程和电位变化如下：开始时，电解杯里面有水分，电位值很高（ 300mV 以上），电

解一段时间后，电位缓慢下降，接近无水状态时，电位变化激烈，从高电位下降到终点以下，由于电解杯不可能真正无水，电位又可能快速上升，来回震荡。

大电解电流对应开始期间使用的电解电流，中电解电流对应电位缓慢下降阶段，小电解电流对应终点阶段。

对于所有的样品，由于含水量的不同，为了平衡整个测量时间、测量精度，仪器支持用户自定义电解电流档次，可以在快速测量的前提下提高测量精度。对于较低含水的样品，建议使用小电解电流，避免造成电解过量。

表 5-3 不同含水量电解电流推荐值

样品含水量	电解电流大小（大、中、小）
≤100μg	50mA、20mA、10mA
>100μg	100mA、50mA、10mA

■ 预控电位 1、预控电位 2 参数

不同的测量阶段可以使用不同的电解电流，仪器还允许设置相应的控制电位。

当测量电位大于预控电位 1 时仪器使用大电解电流电解、测量电位大于预控电位 2 时使用中电解电流。通常用户不需要调整此参数，默认预控电位 1 为 300mV，预控电位 2 为 100mV。

■ 终点电位参数

对应不同的 KF 试剂、极化电流，终点电位可能有所不同，用户可以按实际情况设置，仪器默认 40mV。

■ 回差电位参数

如果终点电位为 40mV，回差电位 2mV。临近无水状态时，仪器首先控制电解到低于 40mV，稍后，电位会缓慢上升，等到电位上升到 42mV 后，将再次电解。

■ 漂移校正、校正模式、校正漂移量参数

对于微量水分的测量，系统的密封性要求非常高，通常要求系统的漂移值越小越好，一般要求达到 $2\mu\text{g}/\text{min}$ 的变化量，不得超过 $10\mu\text{g}/\text{min}$ 。但是无法保证完全不漏。因此，需要综合考虑系统偏移量、是否需要漂移校正。

漂移校正有三个选项：关闭、手动、自动。“关闭”表示漂移校正不起作用，本次测量不考虑漂移量；“手动”表示漂移量由用户自己设定，“自动”表示漂移量由系统实际测量得到。如果仪器在某个环境下漂移量比较稳定，则用户可以选择“手动”，手动设定漂移量。

校正模式有两个选项：绝对漂移、相对漂移。选择绝对漂移时，当使用仪器手动漂移校正，仪器在终点阶段测量得到的漂移量必须小于用户手动设定的漂移量（手动校正）才终止滴定；使用仪器的自动漂移校正，仪器在终点阶段测量得到的漂移量必须小于仪器在预滴定时测定的漂移量（自动校正）才终止滴定。

由于有些滴定在预滴定时测得的漂移量与添加样品后测定的漂移量有差异，导致滴定始终无法终止，此时，需要用相对漂移模式，仪器将会在绝对漂移量上增加一个相对漂移值，从而顺利结束滴定。即：绝对漂移时，当添加量小于手动漂移校正时设置的漂移量或小于自动漂移校正时实际的漂移量时滴定就会结束；相对漂移时，当实际的漂移值小于实际添加量与相对漂移量之和时滴定结束。

正常情况下可以选择相对漂移校正模式，它与初始漂移无关，因此是最常用的终止方式，相对漂移值大小影响测量结果的重复性和时间。当低值相对漂移校正，结果重复性好、滴定时间长；高值相对漂移校正，重复性差、滴定时间短。通常库仑法相对漂移值($5\sim 15$) $\mu\text{g}/\text{min}$ 。

■ 平衡时间、最大测量次数参数

当漂移校正关闭时，仪器用平衡时间、最大测量次数来控制何时结束

测量。

平衡时间相当于终点延时时间，当电位低于终点电位并保持超过设定的平衡时间时，测量结束。

通常库仑法测量微量水分，临近终点后，将反复多次，电解一过终点一等待一电解这个过程。仪器用最大测量次数来决定结束测量。

例如：平衡时间为 60s，最大测量次数为 10 次，则如果电解过终点后，电位低于终点保持 60s 以上时则结束测量，否则最多重复电解 10 次也结束测量。

■ 最大测量时间参数

当漂移校正打开时，由于进样前后系统漂移量变化、或者用户手动设置的漂移量不正确，有可能出现无法终止测量的情况。最大测量时间就是为此而设定的。

最大测量时间表示系统达到终点后最大的测量时间。如果最大测量时间为 5min，则系统达到终点后，最多测量 5min 将自动结束。

■ 搅拌速度参数

对应某些样品，可能用户需要不同的搅拌速度来调节化学反应速度。用户可以按照实际需要设置此参数，搅拌速度以保证加入的样品尽快参加反应为宜。



【提示】

对于测量结果以及整个测量过程，搅拌速度可能是个很大的影响因素。用户应尽量使用适宜的搅拌速度值，以增加反应速度，缩短测量时间，但是要避免气泡。

当搅拌出现明显的漩涡时候即达到最佳搅拌速度。速度太慢会使得测量速度变慢或者电位不稳定过电解情况；过快则会产生气泡，干扰测量。

■ 空白（卡氏炉测量）

选择卡氏炉进行测量时，样品瓶中可能含有被封进去的空气和水分，所以在进行样品进样时需要平行测定(3~5)次进样品空白。仪器允许选择手动设置测定的空白值，或者选择自动空白值。用户选择“卡氏炉空白”模式，进行多次测量后得到空白值的平均值，即为自动空白值。

■ 卡氏炉进样时间

在卡氏炉进样时，样品水分萃取需要一定的时间，为了防止提前判定终点，我们需要设置一个卡氏炉进样时间。在设定的时间内，不进行终点判断，这样保证样品水分完全吹出。在测试过程中，根据含水量的大小，可以适当调整该时间。

■ 卡氏炉温度

设置该参数可以调整卡氏炉温度，选择样品允许的最高温度（高温意味着缩短分析时间）。加热过程中不可将样品分解掉，只允许分解出水分，不能有氧化物质。

■ 卡氏炉流量

通常，为了测试的准确，应将气流尽量调小，特别是对应非常潮湿的样品，不能太快太多地将水量引入电解杯中。在加热管中还会形成冷凝现象、在电解杯中的工作介质必须能马上将排出的水分吸收。通常，理想的流速为(40~60) mL/min。

■ 结果单位选择参数

仪器支持 μg 、 mg 、 $\%$ 、 ppm 、 mg/L 、 $\mu\text{g/mL}$ 等多种测量结果单位，用户按实际需要选择。

■ 样品量参数

本参数影响测量结果。用户进样后，手动输入实际的样品量。本参数在进样时显示。

■ 恢复默认参数

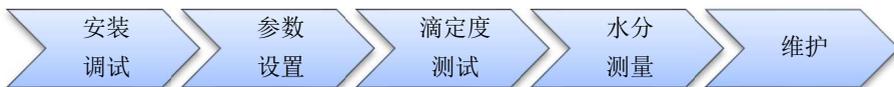
这是一个功能选择。万一有用户因不当操作，或者其他原因导致设置的参数值异常，最终使测量无法完成时，可以使用此功能。仪器将自动恢复默认的参数，这些参数将满足用户在绝大部分情况下的使用。

6 容量法测量水分

容量法适用于含水量较大的样品，例如绝对含水量(0.1~250.0)mg。容量法测试最佳的含水量约为 10mg。如果样品绝对含水量低，可以通过增加样品量的方式提高精确度。

6.1 容量法测量水分常规分析步骤

容量法测量水分常规的分析操作步骤如下，用户可以参考：



- 1) 参照 4.2 相关章节将仪器连接好，并注入 KF 试剂；
- 2) 检查滴定模式，选择容量法水分测量，设置相关参数；
- 3) 选用滴定度模式，使用纯水或水标准物质对 KF 试剂进行滴定度测试，并将其保存；
- 4) 样品含水量测试时，选用自动滴定模式（对于特殊的样品可选配卡氏炉），先进行预滴定，预滴定完成后仪器系统提示进样，此时用注射器将样品注入到滴定杯中，并称量前后质量，记录该值。进样完成后即可开始测量；
- 5) 滴定结束后，仪器显示滴定结果，用户可保存、输出测量结果；
- 6) 当长时间不使用时，建议将滴定管路中溶液排空。



【警告】

- 滴定开始前，请用户仔细检查连接的管道，按照常量水分分析常规操作步骤一步步操作。对于没有 **KF** 试剂使用、操作、预防、安全等相关经验或者知识背景的用户，我们建议认真阅读 **KF** 试剂介绍章节，严格按照相关注意事项进行操作，以免发生意外，对您本人或者公司造成损失；
- 为了保证测量的准确性，通常在正式分析样品前，需将滴定杯里面原有的水分滴定完，使滴定杯里面保持一个无水的环境，然后开始加样品测量。因此每一次测量前，仪器会自动进行一次预滴定；
- 每次滴定开始后，前一次的滴定数据、滴定结果将自动删除；
- 当使用全新的 **KF** 试剂滴定剂（即更换 **KF** 试剂滴定剂）后，由于 **KF** 试剂滴定度与实际标称的 **KF** 滴定度会有很大的差异，用户必须重新对新的 **KF** 试剂滴定剂进行 **KF** 滴定度测定后才能进行其他模式的滴定，否则将影响测量结果；
- 在相同的使用条件下，当使用失效的 **KF** 试剂溶剂时，滴定分析时间将会大大延长，甚至不能到达终点据此，用户可以判断出是否该更换 **KF** 试剂溶剂；
- 进液时必须保证排液管道内没有溶液，并保证“溶剂”瓶里面有足够多的溶液，不能为空瓶，否则会产生虹吸现象，使进入滴定杯中的“溶剂”自动从排液口流出，导致进液失败，浪费溶剂！
- 排液后请保证排液管道内没有溶液残留，特别是没有完全排空滴定杯溶液的情况，容易产生虹吸现象，滴定杯里面的溶液会自动从排液口流出，达不到使用要求。

6.2 滴定度测量

通常，我们已知滴定剂的浓度值，即使用已知浓度的 KF 试剂测量未知的水样。如果反过来，已知水样的体积、质量，我们同样可以测定 KF 试剂的滴定度。

开机选择测量类型为“容量法水分测量”，在仪器起始状态下，按“滴定”键进入滴定模式选择界面，通过上下键选中“滴定度测定”，确认后即可开始。滴定度测定包含 KF 滴定度参数设置、预滴定、用户进样和 KF 滴定度测定等几个部分。

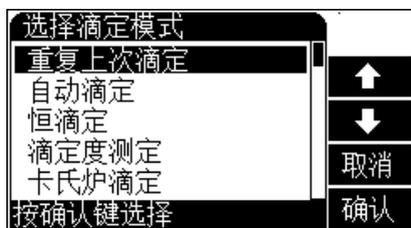


图 6-1 滴定模式选择显示示意图

6.2.1 滴定度测定模式参数设置

滴定度测试前需要设置相关参数，例如极化电流、结束体积、搅拌速度、滴定速度、终点电位、终点延时、漂移校正等。表 6-1 中是相关经验值，也可以根据实际进行更换。

表 6-1 KF 滴定度滴定模式参数

参数	参数值	参数	参数值
极化电流	50 μ A	终点延时	60s
搅拌速度	20	终点电位	200mV
滴定速度	慢速	结束体积	20mL
漂移校正	关闭	/	/

6.2.2 选择合适的标准物质

可以选择 10mg/g 液体水标准物质或者纯水对滴定剂进行标定。一般建议至少消耗 10mL 滴定管中(20~50)%滴定剂为佳。

- 10mg/g 液体水标准物质：液体水标准物质是含特定含量水的有机溶剂。10mg/g 浓度表示 1g 标准物质中含有 10mg 水。每个标准物质都有其标准物质证书，溶剂密封在安瓿瓶中，可保存(3~5)年。

以(3~5)mg/mL 浓度的滴定剂为例，用 10mg/g 液体水标准物质进行滴定度标定时，称取 1000mg 的量，此时消耗的滴定剂体积为(2~3.3)mL；

- 纯水：使用纯水标定滴定度，由于进样量(10~20) μ L 较少，需要精确操作且反复大量练习才能保证良好的结果。

例如：使用 100 μ L 微量注射器量取 20 μ L 纯水，将其置于天平称量注入滴定杯中纯水前后的注射器质量，此即为进样量。

6.2.3 预滴定过程

按 6.2.1 中将所有参数设置正确后，按“开始”键即可开始滴定。

仪器首先进行预滴定，将滴定杯里面的水消耗完。仪器显示有滴定分析时间、滴定类型、极化电流、当前测量的电位值与添加的体积量的曲线图等。在滴定过程中，仪器会自动进行采样、溶液的添加、终点判断等过程，过终点后即进入终点延时处理，一旦在设定时间内电位没有超过终点电位，则滴定结束。

6.2.4 用户进样过程

预滴定结束仪器将提示系统等待进样字样。

按照 6.2.2 中推荐的方法选择标准物质，注入一定量样品到滴定杯中，然后用天平称量进样前后注射器的重量，需要按“设置”键手动输入该值。

进样完毕，按“确认”键则开始正式测量。

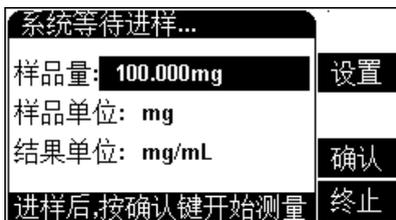


图 6-3 等待进样显示示意图

6.2.5 滴定度测量过程

测量过程中仪器自动控制电位的测量、判断、并控制 KF 试剂的添加，等滴定结束，仪器显示测量结果。用户如果需要保存当前的滴定度，按“确认”键即可将当前结果存贮为滴定度。

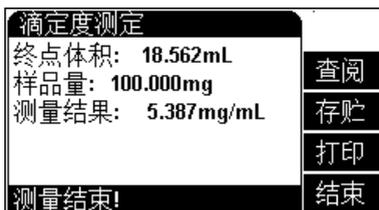


图 6-4 测量结束显示示意图

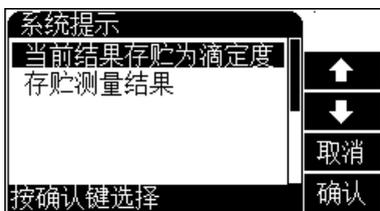


图 6-5 滴定度保存显示示意图

6.3 样品测量

样品测量选用自动滴定模式，测试过程包含滴定参数设置、预滴定、用户进样和自动滴定几个部分。开始时用户进行预滴定，完成后，用户手

动进样，进样结束再开始自动滴定。

如果用户使用卡氏炉，则选择卡氏炉滴定模式进行测量。正式测量前，需要测定进样瓶空白值，选用卡氏炉空白方法，测试参数保持一致。

在仪器的起始状态下，按“滴定”键选择自动滴定并确认后，即选择自动滴定模式。

6.3.1 自动滴定和卡氏炉滴定模式参数设置

滴定模式包含以下参数：极化电流、搅拌速度、滴定速度、终点延时、终点电位、结束体积、KF 滴定度、漂移校正、校正模式、校正漂移量等。

如果是卡氏炉滴定模式，则增加空白（卡氏炉滴定）、卡氏炉进样时间、卡氏炉温度、卡氏炉流量等参数。

表 6-2 是相关经验值，也可以根据实际进行更换。

表 6-2 自动滴定模式参数

参数	参数值	参数	参数值
极化电流	50 μ A	卡氏炉流量	60mL/min
搅拌速度	20	终点延时	20s
滴定速度	慢速	终点电位	200mV
空白（卡氏炉滴定）	由测量所得	结束体积	20mL
卡氏炉进样时间（卡氏炉滴定）	500s	漂移校正	关闭
卡氏炉温度（卡氏炉滴定）	150 $^{\circ}$ C	/	/

6.3.2 预滴定过程

仪器首先进行预滴定，将滴定杯里面的水消耗完。如果用户打开漂移校正，预滴定结束后，将进行漂移量的测定。

仪器首先开始搅拌 10 秒，然后自动开始滴定。

仪器显示有滴定分析时间、滴定类型、极化电流、当前测量的电位值

与添加的体积量的曲线图等。

在滴定过程中，仪器会自动进行采样、溶液的添加、终点判断等过程，过终点后即进入终点延时处理，一旦在设定时间内电位没有超过终点电位，则滴定结束。在滴定过程中，用户随时可按“终止”键，终止滴定。

如果仪器发现已添加过用户所设定的结束体积（结束体积），则仪器将自动提示用户，是否继续，用户可按实际需要选择终止滴定或继续滴定。



图 6-6 预滴定显示示意图

6.3.3 用户进样过程

对于容量法滴定，当增加样品量可以提高精确度，因为大的样品量在称量、注入样品过程中空气中水分影响对含水量测量占比低。为了获取准确度高的结果，建议样品消耗的滴定剂体积应该占滴定管标称值的 20%~80%，例如使用含 5mg/mL 滴定剂的 10mL 滴定管，每次取样含水量应该在(10~40)mg。

容量法测定痕量水分样品(10~1000)ppm 时候，建议采用滴定度低的试剂，例如(1~2)mg/mL 的滴定剂。

待预滴定结束，仪器会提示系统等待进样字样，此时，用户可以手动将样品注入滴定杯里面，等用户进样完毕（进样过程包括：进样前称量、进样、进样后称量、输入样品量等过程），按“确认”键则可以开始正式测量，在测试过程中也可以输入样品量。

如果选择卡氏炉进样，需要等待卡氏炉温度达到稳定，否则不允许进样。与自动滴定不同的是，卡氏炉进样按进样键就开始滴定，无需输完样

品量和再次按“确认”键。



图 6-7 等待进样显示示意图



【提示】

- 样品单位 mg、mL 可选；结果单位有 mg、mg/L、%、ppm 等可选；
- 进样前需要将注射器润洗(2~3)次；
- 对于容量法分析每次取样最佳含水量在 10mg，通常样品量越大精确度越高。为了更高的精度，通常样品消耗的滴定剂体积最好为滴定管的(20~80)%体积量。例如使用 10mL 滴定管和 5mg/mL 滴定剂，每次取样含水量应该在(10~40)mg。

6.4.4 滴定过程

正式测量过程同预滴定，仪器会自动进行采样、溶液的添加、终点判断等过程，结束条件与滴定模式中是否进行漂移校正有关。

在滴定过程中用户随时可以终止滴定。

滴定结束，仪器将显示实际的滴定结果。用户可以保存、打印、查阅的滴定数据，按“结束”键即返回起始状态。

如果打印相关数据，可以将打印机与水分仪进行连接，按“打印”即可输出测量结果。

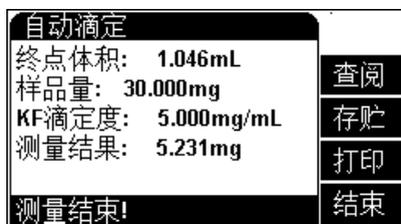


图 6-8 测量结束显示示意图

**【提示】**

在相同的使用条件下,当使用失效的 KF 试剂“溶剂”时, 滴定分析时间将会大大延长,由此, 用户可判断出是否该更换 KF 试剂“溶剂”。

6.4 固体样品的测试

每个样品在测试前都需要经过制备过程, 特别是非均匀性样品, 样品制备对测量结果准确性扮演至关重要的作用, 因此正确的样品制备是后续测量的关键。固体样品可以选择卡氏炉进样外, 还可以选择以下方法进行测量。

6.4.1 固体样品溶解后测量

相比于液体样品, 固体样品无法使用注射器直接进样。如果直接把固体样品倒入滴定杯中而不进行处理, 打开滴定杯会导致微量水分进入影响测量结果另外固体样品中水分没有完全释放出来也会影响结果, 特别是使用库仑法或者含水量较低的固态样品结果影响更大。因而样品需要尽快称量并转移到滴定杯中。

在对固体样品水分测量前, 必须将其碾磨以便使水分溶解, 此时可以用碾磨机、均质器、研钵、高频破碎等方式处理。然后使用无水溶剂或者已知含水量的溶剂完全溶解样品。通常甲醇用于有机固体、甲酰胺用于糖、氯仿用于石油产品和胶粘剂、甲苯用于焦油和石蜡等。

将上述样品溶解后测量其水分含量时，需要先对溶解试剂进行空白测量，然后扣除空白值计算其中含水量。

6.5 粘稠样品的测试

粘稠样品可以选择卡氏炉进样外，还可以选择以下方法进行测量。

当测定油类和脂肪这类粘稠样品中的准确含水量时，样品应完全溶解和分散。如果样品没有完全溶解或分散，那么在测定过程中水分不会被完全提取。根据所测定油或脂肪的类型，选用不同的溶剂。例如黄油/人造黄油，水分分布不均匀，在测量前先进行均质化操作，操作过程需要加热到至少 25°C 以上才行，使用 2:3:1 的甲醇、氯仿、甲酰胺处理；乳制品、含蛋白质制品、肉制品等甲酰胺作为蛋白质首选溶剂，可以与甲醇混合使用，用于其中的水分测量；脱脂奶粉使用甲醇/氯仿或者甲醇/1-癸醇等溶剂处理。

高粘度样品，例如甘油、蜂蜜等，使用(5~10)mL 带粗针头的注射器将样品注入滴定杯。如果可以稍微加热样品可以减少粘度。也可以采用无针头注射器将样品快速注入到固体滴定杯中。蜡状物，例如蜡烛、石蜡等可以在烘箱中 50°C 将其溶化，然后倒入注射器，将样品和注射器一起加热，进样称重时候要避免样品固化。沐浴露、洗发水、发胶等含水量高的样品，使用甲醇等稀释溶解后测量。

7 库仑法（电解法）测量部分

库仑法适用于含水量较低的样品，例如绝对含水量 $10\mu\text{g}\sim 20\text{mg}$ 范围。库仑法测试最佳的含水量约为 1mg 。如果样品绝对含水量低，可以通过增加样品量的方式提高精确度。

7.1 库仑法测量水分常规分析步骤

库仑法测量常规的分析步骤如下：



- 1) 参照 4.2 相关章节将仪器连接好，并注入 KF 试剂；
- 2) 检查测量模式，选择库仑法水分测量，设置相关参数；
- 3) 样品含水量测试时，选用自动测量模式（对于特殊样品，可以选择卡氏炉进样），仪器进入预电解状态，预电解完成后仪器系统提示进样，此时用注射器将样品注入到电解杯中，并称量前后质量，记录该值。进样完成后即可开始测量；
- 4) 结束后，仪器显示结果，用户可保存、输出测量结果；
- 5) 测量结束，关闭仪器。

通常，由于测量的是微量水分含量，系统固有的漂移值要求越小越好，比较稳定后（ $2\mu\text{g}/\text{min}$ 的变化量）才能进行测量。建议每天第一次正式测量前，应该测试系统的漂移值。即第一次完成预电解、仪器显示“进样”字样后，不要马上进样，等待（ $5\sim 6$ ）min，观察漂移值是否已比较稳定后再开始测量。如果系统一直不太稳定，应仔细检查干燥筒、电解杯、试剂等，否则将直接影响测量结果。



图 7-1 起始状态显示示意图

7.2 水分测量过程

在起始状态，用户按“测量”键即可进入测量功能，如果用户已经做过一次测量，不需要查看具体参数，则可以选择“重复上次测量”开始直接测量。如果是首次使用需要对相关参数进行调整。

如果需要选择卡氏炉进样，卡氏炉相关参数设置参照容量法卡氏炉进样。表 7-1 库仑法测量参数不再对卡氏炉参数进行说明。

注意：选择卡氏炉，必须由系统设置\设置卡氏炉，打开自动检测卡氏炉。



【提示】

- 电解液可以多次重复使用，在放置了很长时间或隔天使用，重新开机后，即可按照本节进行分析；
- 由于电解杯内可能会泄漏进水分，每次测量前的预电解时间可能会不同，特别是每天第一次使用时。应让搅拌器搅拌较长时间，以利于电解杯内部空间的水分充分平衡，用户应耐心等待；
- 电解杯内空气中、杯子内壁可能有较多的水分，在预电解前可以左右晃动电解杯，使电解杯内的水分充分与电解液混合，可以减小测量误差。有时，在仪器显示“按进样键后输入样品”后，还应再晃动电解杯几次，使电解杯内空气中的水分充分与电解液混合；
- 测量前一定要把电解电极上干燥帽拧开，否则实验过程产生的氢气会造成内外压力差引起危害。

表 7-1 是库仑法测量参数相关经验值，也可以根据实际进行更换。

表 7-1 库仑法测量参数

参数	参数值	参数	参数值
极化电流	1 μ A	回差电位	10mV
大电解速率	10 μ g (H ₂ O)/s	漂移校正	自动
中电解速率	5 μ g (H ₂ O)/s	校正模式	相对漂移
小电解速率	1 μ g (H ₂ O)/s	漂移值	10 μ g/min
预控电位 1	300mV	卡氏炉流量	60mL/min
预控电位 2	100mV	卡氏炉进样时间	600s
终点电位	40mV	卡氏炉温度	170 $^{\circ}$ C

7.2.1 预电解过程

每次测量前，为保证测量精度，仪器都将进行预电解，将电解杯里面的水分电解完。

所有参数设置正确后，按“开始”键即可开始测量。

仪器首先自动搅拌 10 秒，然后按照设置的参数控制电解，显示如图。仪器显示当前电位与电解时间的曲线图，以及当前电解电流值、测量过程提示等，如果漂移校正打开，仪器开始漂移校正后将显示上次测量得到的漂移量。

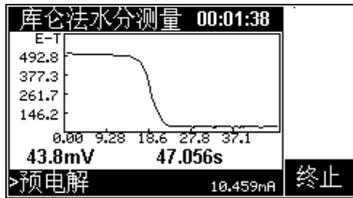


图 7-2 预电解显示示意图

电解杯内新的 KF 试剂由于不同厂家配置工艺不同，可能颜色不同，需根据仪器显示的电位值进行以下工作：

- 若是深酱红色，仪器显示电位值往往只有几个 mV，说明碘过量了，需要用 1mL 进样器抽取含水乙醇（无水乙醇 50mL 内注入 1mL 蒸馏水混合），从进样口缓慢注入电解杯（注意：将样品针插入阳极液液面以下），并注意电解杯内试剂颜色的变化（由深到淡及微黄），颜色变化越明显时则注入速度应越慢，不可性急，当仪器电位显示超过 40mV 时，可以停止注入；
- 若是淡黄色，仪器显示电位值很高（300mV 以上），说明此时的 KF 试剂或电解杯中含有水分。正式测量前，需要将电解杯里面的水分电解完。如果是新的电解液，可能含有大量水分，因此此过程会比较漫长，有可能需要几个小时到一天时间，请耐心等待。

新的阳极液和阴极液在注入电解杯后，应放置 12 小时。

7.2.2 用户进样过程

预电解完成后，仪器将提示“进样”字样，此时允许按“进样”键进样。但此时为了保证无水状态，系统始终保持在自动控制状态，如果电位上升则自动启动电解，只有在用户准备好样品，正式进样时，按“进样”键后才终止控制。

用 0.1mL 或 1mL 进样器（视被测物含水量多少决定）抽取定量的被测物，从电解杯的进样口注入到电解杯内。针头应插入液面，等待(10~30)秒，使之与 KF 试剂充分混合。

称量样品、进样、再次称量样品，输入样品的实际量，完成后，按“确认”键并确认后才开始正式测量！

如果选择的是卡氏炉进样，按“进样”键则立即开始测量，无需按“确认”键并确认。样品量则可以在测试过程中按“进样”进行输入
此时可以设置样品单位、结果单位等。

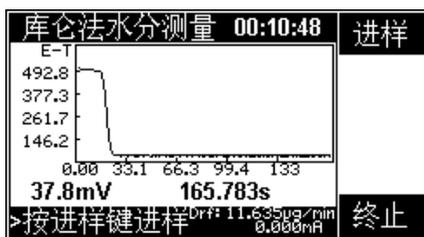


图 7-3 进样提示显示示意图



图 7-4 进样显示示意图

7.2.3 测量读数过程

测量过程同预电解过程，仪器按照设定的参数自动采样电位、控制电解电流、计算库仑量，过终点电位后会自动再测量一段时间，由漂移校正开关决定何时结束测量。

测量结束后，仪器显示测量结果。用户可以保存、查阅、打印等操作。按“继续”键可以进行下一个样品的测量。



图 7-5 测量结束显示示意图



【提示】

对于库仑法分析每次取样最佳含水量在(0.5~2)mg，通常样品量越大精确度越高；

如果需要精确测量 1ppm~1%含水样品，建议至少按此取样量进样，含水量 10ppm~进样量 5g、含水量 100ppm~进样量 1g、含水量 1000ppm~进样量(0.1-1)g、含水量 1%~进样量(10~100)mg。

8 数据管理

8.1 查阅功能

在仪器的起始状态下，按“查阅”键，可以查阅上次测量结果、查阅存贮测量结果。

8.1.1 查阅上次测量结果

每次测量结束，仪器自动记录测量过程参数和一些基本信息，包括测量模式、测量开始时间、测量结束时间、操作者、测量结果以及相关控制参数等。对应容量法、库仑法其结果有所不同。

此时，用户可以按“存贮”键存贮，按“打印”键打印结果。



图 8-1 查阅上次测量结果显示示意图

8.1.2 查阅存贮数据

仪器允许存贮常量水分、微量水分各 200 套符合 GLP 规范的结果数据。在仪器的起始状态下，按“查阅”键选择“查阅存贮的结果”项，可查阅存贮结果。

仪器支持多种查阅方式，可以按编号查阅、按存贮时间来查阅存贮的结果。仪器按曲线方式显示匹配到结果，按方向键可以移动光标查看结果，按“查阅”键查看详细结果，按“设置”键切换查阅方式、设置查阅参数。按“输出”键可以输出结果。

8.2 打印/输出功能

仪器采用 USB、RS-232 双接口作为输出，用户如果选购串口打印机，建议选购一行打印字符在 24 个以上的打印机。如果用户连接 PC 机，请按照附录方法安装 USB 驱动程序。

本仪器使用标准的 RS232 通讯，默认 9600bps，n，8，1，即 9600bps 的波特率，无奇偶校验，8 位数据位，1 个停止位。

在查阅上次测量结果、存贮结果时，按“输出”键，选择相应的输出项即可完成打印或者输出数据到 PC 机。



【提示】

- 断开仪器和打印机的电源后才能连接仪器至打印机；
- 由系统设置，关闭自动卡氏炉检测。

9 PC 控制软件

9.1 ZDY-504 型水分测定仪软件

ZDY-504 型水分测定仪软件是 ZDY-504 型水分测定仪的计算机操作控制软件，通过 RS-232 接口连接水分测定仪，对水分测定仪进行操作和控制，采集水分测定仪的检测数据和运行状态，进行水分测定和数据处理。

用户可以在雷磁官网的技术支持—软件下载页面里找到 ZDY-504 型水分测定仪软件，输入仪器配送软件卡上 14 位授权码后即可下载软件安装包。首先安装 USB 驱动程序 USBDRIVER；然后再安装 ZDY-504 型水分测定仪软件。通讯时可以使用随机赠送的 USB 通讯线连接 PC 和滴定仪的 USB 端口；或者使用 USB 转串口数据线，连接 PC USB 端口和水分仪 USB 通讯口。

仪器端：

- 在系统设置\设置卡氏炉中，关闭自动检测卡氏炉；
- 检查系统设置\设置输出类型中，设置波特率为 115200bps。

软件的具体操作详见“ZDY-504 型水分测定仪软件 用户手册”。



图 9-1 ZDY-504 型水分测定仪软件图

9.2 雷磁通用滴定管理软件

雷磁通用滴定管理软件是针对药品生产质量管理规范（GMP）、FDA 药品生产质量管理规范及 21CFR Part 11 相关要求研发的，主要针对药检、药品生产企业、药检类第三方等客户完成电子化数据管理相关认证的行业专用软件。软件可实现设备、试剂和电极等管理。通过用户登录、电子签名和审计追踪等方式保证滴定分析数据的真实可靠。

此软件需要用户单独购买。详情使用说明见“雷磁通用滴定管理软件用户手册”。



图 9-2 雷磁通用滴定管理软件图

10 仪器维护与故障排除

10.1 仪器的维护

10.1.1 仪器正常使用环境

- 干燥剂使用一段时间后，会吸收水分导致变色或者吸收活性下降，此时需要进行更换；
- 每天测量完毕，将连接管路的“溶剂”瓶和“滴定剂”瓶盖拧下，换上密封的瓶盖，防止卡尔费休试剂很快失效；
- 如长时间不使用，排空滴定管中的滴定剂，并用无水酒精反复冲洗滴定管及其管路部分；
- 仪器的插座必须保持清洁、干燥，切忌与酸、碱、盐溶液接触，防止受潮，以确保仪器的性能；
- 检查电极连线是否保持良好的连接；
- 所用的玻璃器皿应保持干净；
- 仪器的输入端必须保持干燥清洁。仪器防止灰尘及水汽浸入。在环境湿度较高的场所使用时，应把电极插头用干净纱布擦干；
- 开机前，须检查电源是否接妥，应保证仪器良好接地；
- 一般电解杯中的 KF 试剂一个月应进行更换；如测试频繁、量大，则应两星期一换；
- 如长时间不使用，电极使用完毕后，应放置在干净的无溶液的烧杯中，以防损坏；
- 硅胶垫片需要保持干燥洁净，当使用多次后需要更换，避免进样针扎取多次引起空气中水分进入。

10.1.2 电极和测量杯清洗

正常情况下无需对电极进行特殊清洁即可更换电极溶液。如果仍需清洁，则需要注意不要损伤电极的铂针和铂网。

当需要清洗电极时候，可以将电解电极垂直置于支架上，然后根据电极测量污染物选择合适的试剂进行清洗操作。例如电极隔膜上粘性物质，用硝酸浸泡一天，然后先用纯水冲洗，再用乙醇冲洗；当电极测量油类产品时候，可能会沾上相关油污物质，此时用正己烷溶剂清洁，然后再用乙醇冲洗；当电解电极沾有含盐沉淀，先用水清洗，再用乙醇冲洗。

对于电解电极阴极室内部，可以用甲醇代替阴极液填充其中，并让甲醇充满溢出，重复该操作 3 次清洗电极内部。

进行清洗操作后，应保持各配件完全干燥。可以用吹风机或者烘箱进行干燥，但是要避免温度过高，导致部件损坏。

滴定杯或者电解杯清洗：将滴定杯或者电解杯中的溶液倾倒至专门的废液桶中，用水和乙醇冲洗干净，最后烘干后置于干燥器中保存。

10.1.3 仪器的保存

由于滴定剂或者溶剂具有一定腐蚀性，使用过程中应当避免沾染或滴到仪器上。如果碰到，需要及时使用乙醇和水作为清洁剂擦拭干净。仪器背部有接口部分建议干布擦拭。清洁过程中建议断电操作。

当仪器长时间不使用，需要排空滴定管和管路中的滴定剂，并用乙醇清洗干净，然后给仪器断电。

10.2 常见故障排除

10.2.1 主机常见故障排除

表 10-1 主机常见故障及排除

现象	故障原因	排除方法
开机没有显示	1、未接通电源； 2、保险丝坏。	1、检查电源； 2、更换同一型号保险丝。
打印机不打印或不正确	1、打印机电源没接； 2、打印线没连接； 3、打印机设置错误； 4、打印机选择错误。	1、连接打印机电源； 2、连接好打印机连线； 3、设置正确的波特率； 4、更换打印机。
搅拌器不转	1、搅拌设置速度过低； 2、溶液杯内没放搅拌珠。	1、加快搅拌速度； 2、放置搅拌珠。

10.2.2 容量法常见故障排除

表 10-2 容量法常见故障及排除

现象	故障原因	排除方法
机械动作不正常	滴定管装置不正确。	安装好滴定管装置。
容量杯中未充满但仪器提示报警	电极体上有残余液。	将电极拔出，擦干净后装回容量杯。
进液时 KF 试剂溶剂抽不进容量杯	1、外接设备连接专用线没有连接或者脱落； 2、管道没有连接好； 3、“溶剂”瓶已空； 4、干燥筒没有打开； 5、进液速度为低速。	1、重新连接； 2、重新连接干燥空气出口(溶剂)； 3、更换新的溶剂； 4、打开干燥筒； 5、改用高速进液。
排液排不出	1、外接设备连接专用线没有连接或者脱落； 2、管道没有连接好； 3、干燥筒没有打开； 4、排液控制的电磁阀损坏。	1、重新连接； 2、重新连接干燥空气出口(容量杯)； 3、打开干燥筒； 4、联系公司，更换电磁阀。

表 10-2 容量法常见故障及排除（续）

现象	故障原因	排除方法
排液不畅	管道里面有碘结晶现象。	用无水酒精重复执行进液、排液以清洗管道。
分析时间很长 (20 分钟以上) 或滴不到终点	1、KF 试剂溶剂失效； 2、容量杯接口密封不好或干燥剂失效。	1、更换 KF 试剂溶剂； 2、检查滴定杯密封或干燥剂。
分析时间较长 (20 分钟以下)	1、KF 试剂溶剂反应速度慢； 2、滴定度参数设置过大； 3、KF 试剂浓度过小。	1、用高速滴定参数滴定； 2、进行滴定度测定或将原滴定度参数改小； 3、更换 KF 试剂浓度变大。
滴定过量	1、KF 试剂溶剂反应速度快； 2、滴定度参数设置过小； 3、KF 试剂浓度过大。	1、用低速滴定参数滴定； 2、进行滴定度测定或将原滴定度参数改大； 3、更换 KF 试剂浓度变小。
容量杯中溶液变深褐色	过滴定。	加入溶剂，清洗铂电极。
滴定不结束	1、延时时间设置太大； 2、仪器装置气密性不好。	1、将延时时间缩短； 2、检查装置气密性，重新连接。
容量杯中溶液浑浊或分层	样品溶解不充分，不均匀。	更换适用的溶剂溶剂或加长搅拌时间。
漂移值太高	1、容量杯中进入空气水分； 2、待机时间过长； 3、测量样品过程有副反应。	1、更换干燥剂、检查密封； 2、在电极和进样口等出涂抹硅脂； 3、更换溶液。
测量结果重复性差	1、样品量太小； 2、样品水分分布不均匀； 3、测量参数错误； 4、样品含水量太低。	1、增加样品量，保证 10mg 绝对含水量； 2、混匀样品； 3、检查优化测量参数； 4、选择合适的样品测试方式。

10.2.3 库仑法常见故障排除

表 10-3 库仑法常见故障及排除

现象	故障原因	排除方法
滴定不结束	1、延时时间设置太大； 2、仪器装置气密性不好。	1、将延时时间设置为 60s； 2、检查装置气密性，重新连接。
电解杯中溶液浑浊或分层	样品溶解不充分，不均匀。	更换适用的溶剂或加长搅拌时间。
电解电极上没有碘生成	电解电极没有接好。	重新接好电极。
仪器长时间的预电解	1、电解杯密封性不够； 2、试剂失效； 3、电解杯内水分很多； 4、选择的电解电流较小。	1、重新在磨砂界面处涂抹真空硅脂，并重新安装； 2、更换试剂； 3、可能需要电解数小时，甚至一天，特别是更换溶液后； 4、用大电流电解。
电解电极铂片上生成碘	电解电极正负极接反。	重新换一只电解电极。
仪器显示未连接电解电极	1、电解电极没有接好； 2、电解电极中的溶液漏光。	1、重新接好电极； 2、更换电解电极的隔离膜或重新旋紧膜架，并重新添加阴极液。
阳极液深黄或者棕褐色	过滴定或碘过量。	抽取少量含水乙醇（无水乙醇 50mL 内注入 1mL 蒸馏水混合），从进样口缓慢注入电解杯。清洗铂电极。
预滴定时间过长	1、阳极液有水； 2、电解杯壁有水分。	1、更换阳极液； 2、轻轻摇晃电解杯。
漂移值太高	1、电解杯中进入空气水分； 2、待机时间过长； 3、测量样品过程有副反应。	1、更换干燥剂、检查密封； 2、在电极和进样口等出涂抹硅脂； 3、更换阳极液和阴极液。
滴定时间长，无法达到终点	1、错误的测量参数； 2、样品量过大或者含水量太高。	1、关闭漂移校正或者改为相对漂移终止参数； 2、减小进样量。
测量结果重复性差	1、样品含水量少； 2、加样量少； 3、样品中水分分布不均； 4、样品制备错误。	1、增大进样量； 2、增大进样量； 3、混匀样品； 4、使用适宜的样品制备方式。

表 10-3 库仑法常见故障及排除（续）

现象	故障原因	排除方法
电解电极铂网变黑	电极被污染。	清洁电极。
电解电极隔膜脏污	隔膜被污染。	清洗隔膜。
测量结果过高	1、过滴定； 2、样品制备错误； 3、样品吸水； 4、电解电流太大。	1、更换溶液并清洗电极和电解杯； 2、采用合适的样品处理方式； 3、正确保存样品并检查装置气密性； 4、调小电解电流。
测量结果过低	1、滴定时间太短； 2、样品未全部溶解； 3、样品添加出错。	1、用慢滴方式； 2、加入助溶剂促使样品水分释放； 3、准确称量样品。

若上述各种情况排除后，仪器仍不能正常工作，请与我公司联系。

11 技术支持

11.1 技术咨询

仪器在使用过程中，若有技术问题或者相关建议请通过以下途径联系我们：

- 登陆官网 www.lei-ci.com，进入技术支持界面；
- 登陆官网 www.lei-ci.com，联系官方客服；
- 拨打客户服务热线：400-827-1953。

11.2 操作指导

仪器开箱后的安装使用，我们有详细的操作视频可供参考，可以通过以下途径观看：

- 关注雷磁微信公众号，手机端在线观看操作视频；
- 登陆雷磁官网 www.lei-ci.com，高清视频下载观看；
- 拨打客服服务热线：400-827-1953。



11.3 软件下载

本产品有配套的电脑通信软件，可以通过下述流程进行下载：

- 登陆官网 www.lei-ci.com，进入技术支持—软件下载页面；
- 搜索仪器型号，选择对应软件点击下载；输入 14 位授权码即可完成下载（授权码见软件卡）。

11.4 售后服务

仪器使用过程中，若有方面问题请通过以下途径联系我们，我们将竭诚为您服务。

- 登陆官网 www.lei-ci.com，联系官方客服，网上沟通解决问题；

- 拨打客户服务热线：400-827-1953，电话沟通解决问题；
- 微信扫码填写产品质量信息反馈表，我们会在收到反馈后安排工程师与您联系，解决问题；
- 需要维修的仪器您可以选择寄回我公司进行检测维修，也可与我公司维修网点联系，网点详情请拨打客户服务热线：400-827-1953。



11.5 配件采购

仪器所需配件见下表，详情见官网 www.lei-ci.com。

表 11-1 仪器配套配件

名称	产品描述
容量杯	(容量法) (含硅胶垫圈、滴定垫圈、玻璃塞、带孔螺母)
电解杯	(库仑法) (含硅胶垫圈、玻璃塞、带孔螺母)
CDY-4 指示电极	容量法, 库仑法, 用于电解杯, 容量杯
CDJ-3 有隔膜电解电极	库仑法, 用于电解杯
管路套装 (7 根)	(含废液进气管、进液进气管、废液管、进液管、滴定管、泵管、防扩散管)
防扩散滴定管	容量法, 实验滴定剂防扩散用途
滴定管装置 10mL	容量法
微量进样器(100 μ L)	液体进样
微量进样器(1mL)	液体进样
硅胶垫片	10 片/包, 与容量杯配套使用
干燥剂 (5A 分子筛)	500g, 干燥
KF-1 试剂	适用库仑法水分仪, 含 KF-1A 试剂 1 瓶(500mL)、KF-1B 试剂 5 瓶(5mL/瓶)
KF-4 试剂	适用容量法水分仪, 含 KF-4A 试剂 1 瓶 (500mL)、KF-4B 试剂 1 瓶(500mL), 滴定度: (3~5)mg/mL

11.6 联系方式

地 址：上海市嘉定区安亭镇园大路 5 号 2 幢 1 层

邮 编：201805

咨询热线：400-827-1953

企业邮箱：rex_xs@lei-ci.com

传 真：021-39506398

企 业 QQ：4008271953

12 附录

附录 1 水密度表

温度 $^{\circ}\text{C}$	密度 (g/cm^3)	温度 $^{\circ}\text{C}$	密度 (g/cm^3)
0	0.99984	22	0.99777
1	0.99990	23	0.99754
2	0.99994	24	0.99730
3	0.99996	25	0.99704
4	0.99997	26	0.99678
5	0.99996	27	0.99651
6	0.99994	28	0.99623
7	0.99990	29	0.99594
8	0.99985	30	0.99565
9	0.99978	31	0.99534
10	0.99970	32	0.99503
11	0.99960	33	0.99470
12	0.99950	34	0.99437
13	0.99938	35	0.99403
14	0.99924	36	0.99368
15	0.99910	37	0.99333
16	0.99894	38	0.99297
17	0.99877	39	0.99260
18	0.99860	40	0.99222
19	0.99940	45	0.99021
20	0.99820	50	0.98804
21	0.99799	55	0.98570

附录 2 USB 相关驱动以及安装说明

本仪器使用 Silicon Labs 公司的 USB to UART 转换芯片 CP2102 作为 USB 通讯接口，因此相应的要安装相关的 USB 驱动程序，可以联系我公司销售部门，或者用户自己到 Silicon Labs 公司网站下载最新的 USB 驱动程序。

安装驱动成功后，用仪器提供的 USB 连接线连接仪器至 PC 机，打开仪器电源，如果是第一次连接 PC 机，则 PC 机上会有发现硬件并安装驱动等提示。用户可以查看 PC 机的设备管理器的串口(我的电脑\管理\设备管理器\端口\)，上面有 Silicon Labs CP210x USB to UART Bridge(COMx) 的标识，表示驱动已经安装成功，上面的 COMx 的 x 表示串口号，否则需要重新安装驱动或者下载最新版本的 USB 驱动。

本仪器使用标准的 RS232 通讯，默认：9600bps,n,8,1，即 9600bps 的波特率，无奇偶校验，8 位数据位，1 个停止位。

用户使用普通的串口调试软件即可通讯。在查阅上次测量结果、查阅存贮结果等情况下按“输出”键即可得到相应结果。