

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 -
2	安全提示	- 4 -
3	卡尔费休滴定基础	- 5 -
3.1	卡尔费休滴定原理	- 5 -
3.2	容量法介绍	- 5 -
3.2.1	容量法试剂	- 6 -
3.2.2	滴定度	- 7 -
3.3	终点控制	- 8 -
3.4	漂移	- 9 -
4	仪器结构及安装	- 10 -
4.1	仪器结构	- 10 -
4.2	仪器的安装	- 13 -
4.2.1	容量杯（选配）图示	- 13 -
4.2.2	容量杯（选配）装配	- 14 -
4.2.3	液体容量杯（选配）图示	- 15 -
4.2.4	液体容量杯（选配）装配	- 15 -
4.2.5	滴定管装置和阀	- 16 -

4.2.6 管道连接	- 17 -
4.2.7 连接溶剂管理器.....	- 19 -
4.2.8 连接电源线.....	- 20 -
4.2.9 连接打印机.....	- 20 -
4.2.10 连接卡氏炉	- 20 -
5 仪器功能介绍	- 21 -
5.1 开关机	- 21 -
5.2 开机界面.....	- 21 -
5.3 系统设置.....	- 23 -
5.3.1 设置系统时间	- 23 -
5.3.2 设置蜂鸣器.....	- 24 -
5.3.3 设置背光	- 24 -
5.3.4 用户管理	- 24 -
5.3.5 语言选择	- 25 -
5.3.6 设置波特率.....	- 25 -
5.3.7 关于.....	- 25 -
5.4 清洗功能.....	- 25 -
5.5 补液功能.....	- 26 -
5.6 试剂管理.....	- 27 -
5.6.1 排液功能	- 27 -
5.6.2 进液功能	- 28 -
5.6.3 试剂混合功能	- 28 -
5.7 重复上次测量.....	- 29 -
5.8 开始测量.....	- 29 -
5.8.1 方法选择	- 30 -

5.8.2 方法参数	30 -
5.8.3 设备信息	33 -
5.8.4 样品&滴定剂	34 -
5.8.5 结果信息	35 -
6 水分的测量	36 -
6.1 容量法测量水分常规分析步骤	36 -
6.2 滴定度测量	37 -
6.2.1 滴定度测定模式参数设置	38 -
6.2.2 选择合适的标准物质	38 -
6.2.3 预滴定过程	39 -
6.2.4 用户进样过程	40 -
6.2.5 滴定度测量过程	40 -
6.3 样品测量	41 -
6.3.1 自动测量和卡氏炉自动测量模式参数设置	41 -
6.3.2 预滴定过程	42 -
6.3.3 用户进样过程	43 -
6.3.4 测量过程	44 -
6.4 固体样品的测试	45 -
6.4.1 固体样品溶解后测量	45 -
6.4.2 固体样品直接测量	46 -
6.5 粘稠样品的测试	46 -
7 数据管理	47 -
7.1 查阅上次测量结果	47 -
7.2 查阅存贮数据	48 -

8 仪器维护与故障排除	- 49 -
8.1 仪器的维护	- 49 -
8.1.1 仪器正常使用环境	- 49 -
8.1.2 电极和测量杯清洗	- 50 -
8.1.3 仪器的保存	- 50 -
8.2 常见故障排除	- 51 -
8.2.1 主机常见故障排除	- 51 -
8.2.2 常见故障排除	- 51 -
9 技术支持	- 53 -
9.1 技术咨询	- 53 -
9.2 操作指导	- 53 -
9.3 软件下载	- 53 -
9.4 售后服务	- 53 -
9.5 配件采购	- 54 -
9.6 联系方式	- 55 -
10 附录	- 56 -
附录 1 水密度表	- 56 -
附录 2 串口打印机的选购	- 57 -

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。

SFK-503V 型卡氏水分仪属于容量法。仪器具有以下特点：

- 仪器采用 7 英寸 TFT 触摸屏，支持实时显示有关测试方法、测试结果；
- 支持溶剂管理器，实现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，有效防止用户直接接触 KF 试剂，保证测量和使用工作人员和环境的安全；
- 支持自动测量模式、KF 滴定度测定模式、卡氏炉自动测量模式等多种测量模式，满足不同类型样品的水分测量；
- 支持连接配套雷磁生产的卡氏样品加热炉；
- 用户可按需选择 mg、mg/L、%、ppm、 μg 、 $\mu\text{g/L}$ 等多种测量结果单位；
- 仪器支持 GLP 规范，支持存贮测量结果 200 套；
- 支持数据存贮、删除、查阅、打印或输出；
- 支持 USB 接口，实现 U 盘数据保存；
- 支持 RS232 串口接口，支持串口打印机，打印测量结果；
- 支持固件升级，允许功能扩展；
- 具有断电保护功能。

1.2 技术指标

表 1-1 仪器技术指标

参数	技术指标
测量范围	(0.1~250.0)mg
电位测量范围	(0~2000)mV
分辨率	1μg
电位测量分辨率	1mV
极化电流误差	±3%
极化电流稳定性	±2.5%/30min
滴定分析示值误差	±7%
滴定分析重复性	0.5%
供电电源	(80~305)VAC, 频率: (47~63)Hz
尺寸(l×b×h), 重量	240mm×370mm×270mm, 约 4kg

1.3 主要功能

表 1-2 仪器主要功能

功能名称		说明
基本功能	支持语言	中文/英文
	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	●
测量模式	自动测量	●
	滴定度测定	●
	卡氏炉自动测量	●
	卡氏炉空白	●
数据管理	存储	200 套
	查阅	●
	删除	●
	符合 GLP 规范	●
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；
- 废液瓶废液液面不得高于警示线，及时清理废液；
- 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】

潜在的危險情形，需謹慎本操作，操作錯誤可能會導致人身傷害或儀器產生重大問題。



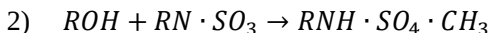
【提示】

需要特別強調的信息，可以幫助您更好地使用本儀器，獲得更為準確的測量結果。

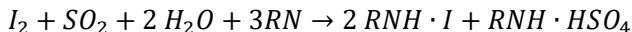
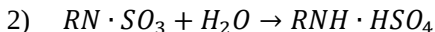
3 卡尔费休滴定基础

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。SFK-503V 型卡氏水分仪就属于容量法，通常容量法卡尔费休适合测量含水量大的样品：100ppm~100%。

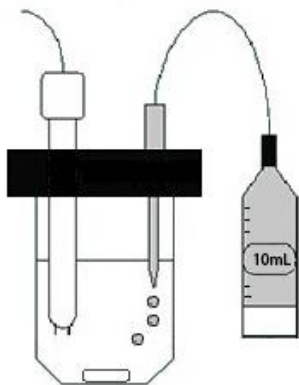


图 3-1 容量法卡尔费休水分测定示意图

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。

本仪器配套容量法卡尔费休试剂为单组分试剂。溶剂倒入“溶剂”瓶中;滴定剂倒入“滴定剂”瓶中,并将两个储液瓶盖紧密封。

一些生产商将滴定剂、溶剂等分为 A 液和 B 液。

市售卡尔费休试剂,也有将滴定剂标为 A 液,将溶剂标为 B 液的,采购和使用时需注意区别。



【注意】

- KF 试剂内含有二氧化硫、有机碱等有害的化学物质,使用时应避免溅到身体及其他物体上,以免伤害及损坏,同时应具有良好的通风装置(向外排风),防止由于试剂的挥发造成室内空气污染,而影响操作人员的身体健康;
- 分析结束后应集中收集,送专业部门处理,不得随意倾倒排放,防止造成环境污染。

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 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。但是过量的碘会导致卡氏反应测得含水量大，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越小，导致滴定难以在正确的时间终止，从而造成过滴定情况。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。

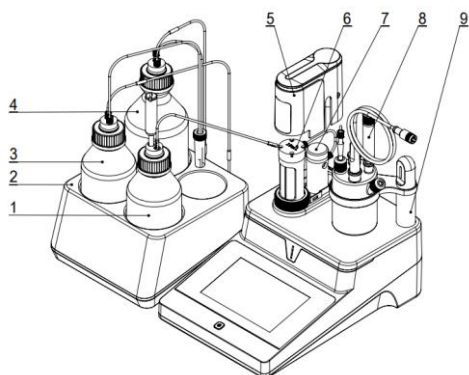
3.4 漂移

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，而该值即为漂移值，单位 $\mu\text{L}/\text{min}$ 。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。

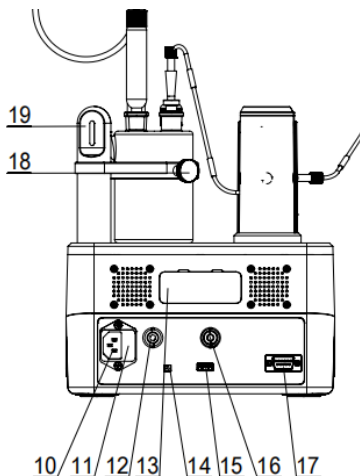
4 仪器结构及安装

4.1 仪器结构



1. “滴定剂”瓶
2. 溶剂管理器
3. “溶剂”瓶
4. “废液”瓶
5. 滴定罩
6. 滴定管装配
7. 阀门装配
8. 容量杯（选配）
9. 主机

图 4-1 主机及溶剂管理器示意图



10. 电源插座
11. 保险丝
12. 溶剂管理器接口
13. 盖板
14. 接地接口
15. USB 接口
16. 指示电极接口
17. COM 接口
18. 杯子固定架
19. 顶紧螺丝

图 4-2 主机背面示意图

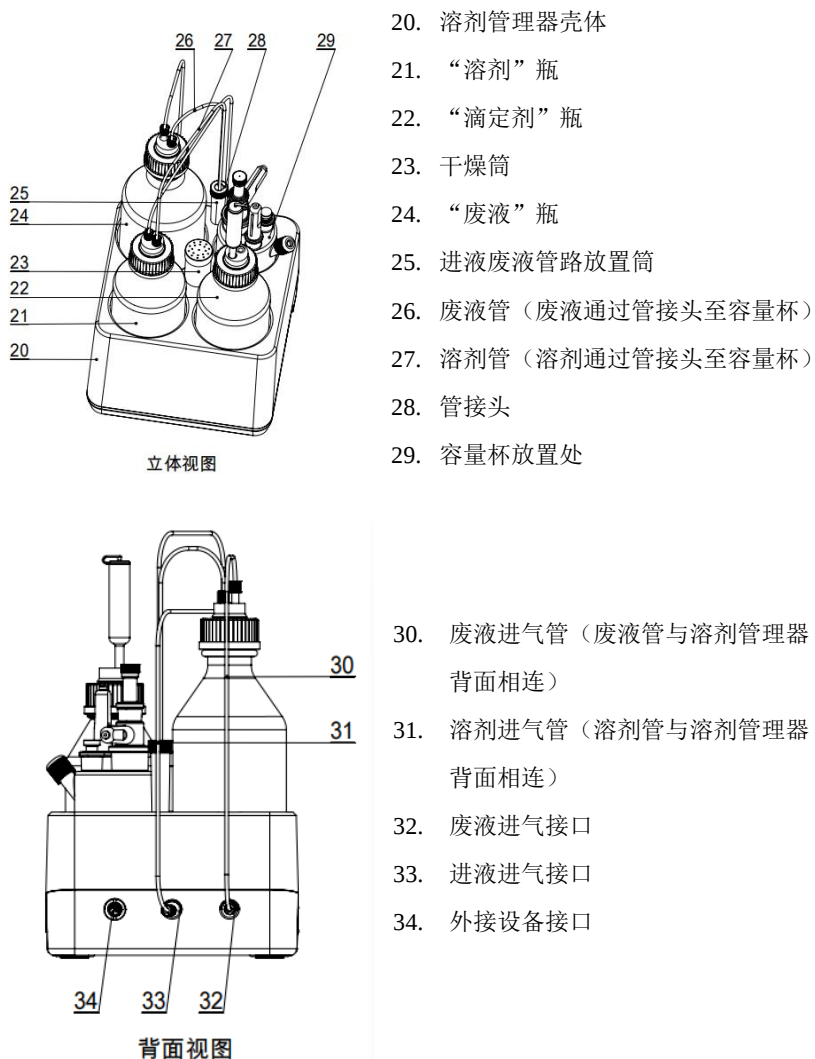


图 4-3 溶剂管理器示意图

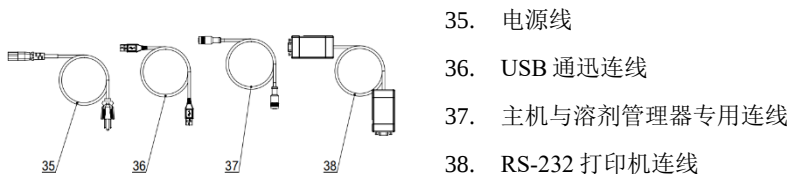


图 4-4 仪器配件示意图

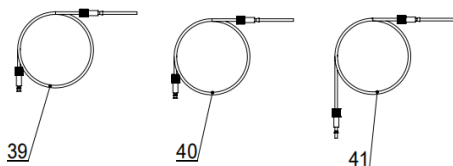


图 4-5 仪器配件（管路）示意图

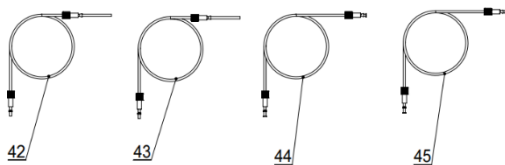


图 4-6 仪器配件（管路）示意图

42. 溶剂管（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

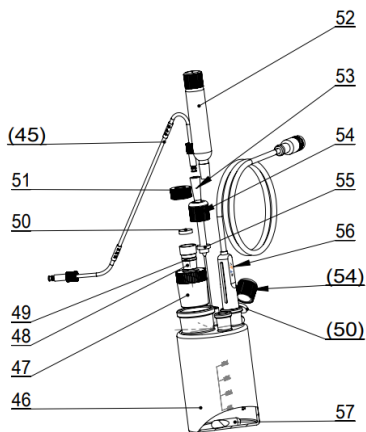
本仪器采用容量法测量样品中的水分含量。

容量法水分仪主要部件包括防扩散滴定管、滴定管和阀、容量杯、连接滴定管路、指示电极、溶剂管理器等，各部分正确安装后才能保证整个仪器的正常工作。

其中容量杯适用于固体、粉末、液体进样，液体容量杯适用于液体进样。两种容量杯均为选配。

4.2.1 容量杯（选配）图示

按图 4-1 与图 4-2 所示，把杯子固定架（18）中心孔套入主机上的定位螺钉上，然后拧紧顶紧螺丝（19），固定好杯子固定架；在容量杯（8）中放入搅拌珠。



- 46. 容量杯
- 47. 进样接头
- 48. 管锥形接头
- 49. O 型圈
- 50. 硅胶垫片
- 51. 管带孔螺母
- 52. 气体干燥塔
- 53. 防扩散滴定管
- 54. 带孔螺母
- 55. 滴定垫圈
- 56. 指示电极
- 57. 搅拌子

图 4-7 容量杯结构示意图

4.2.2 容量杯（选配）装配

- 1) 通过锥形孔轻轻放入搅拌子；
- 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 16）；
- 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（防扩散滴定管口对面）；
- 4) 将防扩散滴定管（53），套上带孔螺母（54）并穿过滴定垫圈（55），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

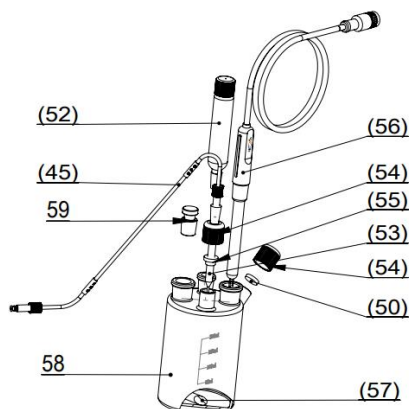
斜螺纹接口的端面上，用带孔螺母拧紧；

6) 进样接头(47)涂抹少许真空润滑硅脂旋转插入容量杯(46)内；

7) 管锥形接头(48)套入 O 型圈 (49) 并涂抹少许真空润滑硅脂旋转插入容量杯内，硅胶垫片压至管锥形接头内，用带孔螺母拧紧（此处可以垂直进样）。

注：当固体、粉末进样时，可旋出进样接头，显现出容量杯的大孔，通过玻璃称量舟或者方形称量舟进行进样。

4.2.3 液体容量杯（选配）图示



58.液体容量杯

59.玻璃塞

图 4-8 液体容量杯结构示意图

4.2.4 液体容量杯（选配）装配

1) 通过锥形孔轻轻放入搅拌子；

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 16）；

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

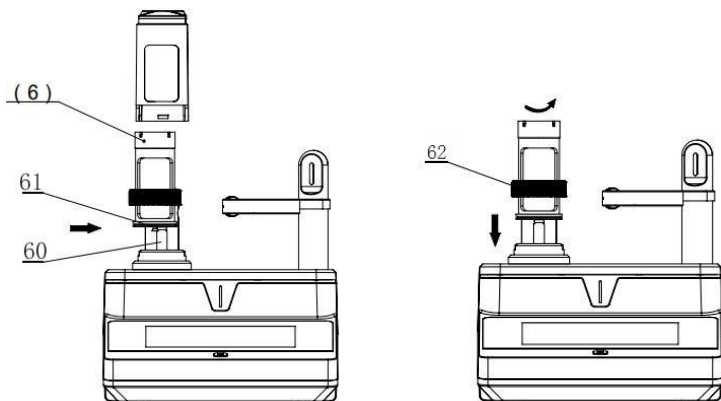
锥形口涂抹真空润滑硅脂插入容量杯的锥形口（防扩散滴定管口对面）；

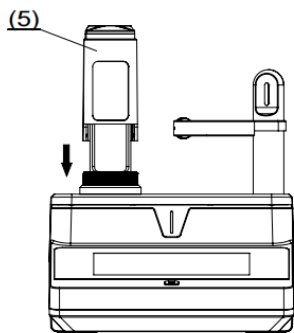
4）将防扩散滴定管（53），套上带孔螺母（54）并穿过滴定垫圈（55），然后拧紧带孔螺母到容量杯的螺柱口上，此时调节其防扩散滴定管的底部与指示电极底部相平；

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。（此处可用于自动进排液）

4.2.5 滴定管装置和阀





- 60. 顶杆
- 61. 滴定管活塞杆
- 62. 装置固定螺母

图 4-9 滴定管装置及阀示意图

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（61）水平推进主机上顶杆（60）的倒 T 形槽内并保证其同心度，再连同滴定管装配向下摁，同时滴定管装配卡至主机的卡槽内。最后旋紧滴定装置固定螺母（62）即可。

待所有管理连接完成后，将滴定罩（5）向下按至平台卡扣内。

4.2.6 管道连接

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 4-3、图 4-7、图 4-10。

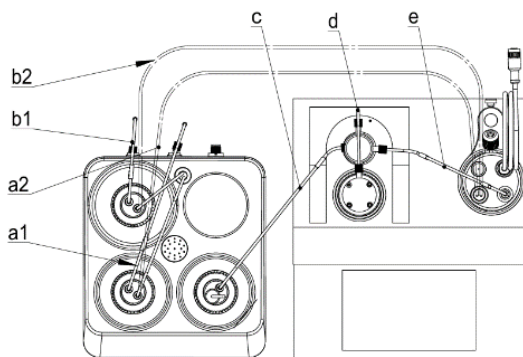


图 4-10 管道连接示意图

1) “溶剂”瓶管道安装

图 4-10 中 a1 为序号 40 溶剂进气管：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 10mm。（注：此处需要调试人员调试确认管道伸入“溶剂”瓶内约 10mm）

图 4-10 中 a2 为序号 42 溶剂管：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（涂抹真空润滑硅脂）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）

2) “废液”瓶管道安装

图 4-10 中 b1 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 10mm；（注：此处需要调试人员调试确认管道伸入“废液”瓶内约 10mm）

图 4-10 中 b2 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 10mm；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 10mm；容量杯底部）

3) “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）

4) 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；

5) 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；另一处与防扩散滴定管的接头相连。

**【注意】**

溶剂管与废液管插入管接头内，在仪器不需要时放置在放置筒内，需要自动进排液时先容量杯拔出管锥形接头（48）或者液体容量杯中的玻璃塞（59），再将管接头（连同溶剂管，废液管）插入容量杯的接口。废液管伸入容量杯底部；溶剂管容量杯约 30mm。

4.2.7 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。连接线一头接主机溶剂管理器插口（图 4-2 序号 12），一头接溶剂管理器的插口（图 4-3 序号 34）。



【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。

4.2.8 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；其电源插座内置保险丝（图 4-2 序号 11）。

4.2.9 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 4-4 序号 38）一头插入后面板的 COM 接口（图 4-2 序号 17）内，另一头连接用户选购的串口打印机。

4.2.10 连接卡氏炉

如果用户配置我公司开发的卡氏炉，使用卡氏炉进行进样，请将串口线一头插入水分仪背部面板的 COM 接口（图 4-2 序号 17）内，另一头连接至卡氏炉。

打开仪器，在仪器上配置支持卡氏炉。

使用时，要先将卡氏炉开机，再打开仪器。

**【注意】**

仪器只有一个 COM 接口，如果配置卡氏炉，则无法使用串口打印机，如果需要在测量时直接打印结果，可以先保存结果，再打印。

5 仪器功能介绍

5.1 开关机

仪器连接电源线，检查无误后，按  电源键开机。开机后，仪器进入起始界面。

使用完毕，长按  键 5 秒以上即可关机。如果仪器不是长期使用，请在使用后，断开电源线的连接。

5.2 开机界面

仪器开机后会自动检测相关模块的连接，自检后，进入起始状态，仪器所有的操作都从这里开始。如果用户启用登录功能，仪器将验证用户信息，正确后才能正常使用仪器。

起始界面显示当前的电位值、测量模式以及相应的滴定管类型和系数、KF 滴定度、极化电流、搅拌速度等参数；仪器屏幕下方显示当前可以使用的功能按键，右侧显示开始测量、重复上次测量、查阅测量结果、查阅存贮结果，如图。

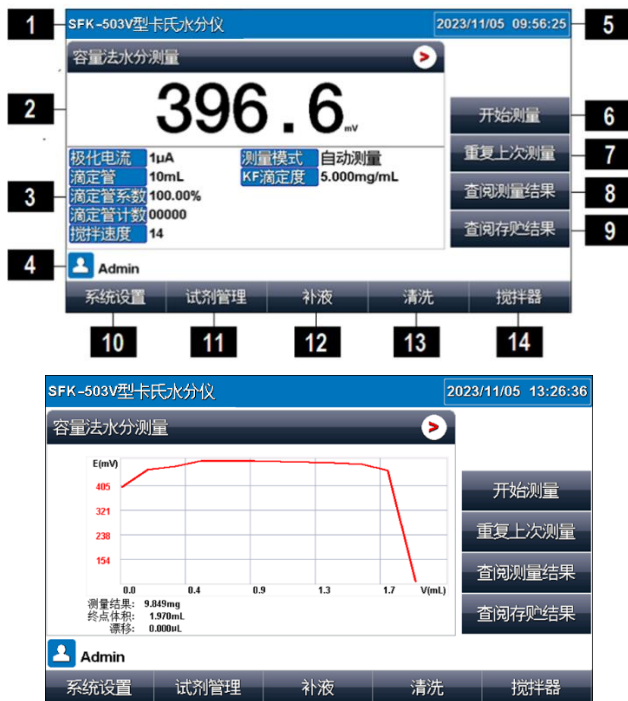


图 5-1 起始界面显示示意图

表 5-1 屏幕主显示说明

序号	说明
1	仪器型号及名称。
2	电极信号
3	当前方法、参数以及设备的简要信息
4	当前用户
5	当前日期和时间
6	开始测量功能。用户检查参数后再开始测量
7	重复上次测量功能。点击后直接按上次的测量参数启动测量。
8	查阅上一轮的测量结果
9	查阅存储的测量结果
10	设置系统参数，如时间、背光、蜂鸣器、波特率设置等
11	执行滴定杯进液、排液、混合等功能

12	执行补液功能
13	执行清洗功能
14	执行、调试搅拌器

5.3 系统设置

仪器的系统设置包括设置系统时间、设置蜂鸣器、设置背光、用户管理、语言选择、设置波特率、关于等。

在仪器的起始状态下，点击“系统设置”键，即可进入相应的参数设置模块，如图 5-2。



图 5-2 系统设置显示示意图



【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 设置系统时间

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。

在系统设置界面选择“系统时间”项，用户修改相应时间项即可。



图 5-3 设置系统时间显示示意图

5.3.2 设置蜂鸣器

仪器支持蜂鸣器提醒，包括有效按键、有效提示等，在系统设置界面选择“设置蜂鸣器”项，用户按需修改即可。

5.3.3 设置背光

仪器采用高亮的 TFT 显示屏，用户按实际的使用环境修改即可。

5.3.4 用户管理

仪器支持三级权限管理，包括系统管理员、实验管理员、测试员；仪器允许用户启用、关闭登录功能。如果启用登录功能，仪器将验证用户信息，正确后才能正常使用仪器。

点击用户管理，可以启用用户管理功能，包括创建用户、设置用户权限等。



图 5-4 用户管理显示示意图

5.3.5 语言选择

仪器支持中英文两种语言。

5.3.6 设置波特率

对应不同的串口通信需要，仪器支持多种通信波特率。默认为 9600bps、8 位数据位、1 个起始位、1 个终止位。

5.3.7 关于

查看本仪器的版本号。

5.4 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”键进入清洗功能（此时，仪器同时支持补液功能），显示如下：

用户设置需要清洗的次数，设置完毕，按“开始清洗”键开始清洗。清洗完毕，自动返回起始状态。



图 5-5 清洗显示示意图

5.5 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。



【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，将造成用户滴定液消耗较多，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。

本机有两种方法实现补液功能，1) 在仪器起始状态下直接按“补液”

键；2）进入清洗功能，执行补液功能。

5.6 试剂管理

试剂管理包括三部分：滴定杯进液、滴定杯排液、混合滴定剂。

使用前请仔细检查溶剂管理单元是否连接、管路是否正常，是否漏气、漏液等现象。

在起始状态下，按“试剂管理”键进入。



【提示】

进液和排液操作时，切记需要将进液和排液管放置于滴定杯中。

5.6.1 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。



图 5-6 排液功能显示示意图

用户按“开始排液”键可打开控制开关将滴定杯里面的溶液排出去。

实际的排液量由总排液时间、排液比例确定，实际总排液时间，排液

量可自行设定。如总排液时间为 20 秒、50%的排液量，则实际的排液时间为 10 秒。

**【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。

5.6.2 进液功能

本功能可以将 KF 试剂溶剂吸入到滴定杯中。

同样，用户设置总进液时间、进液比例量，按“开始进液”即可实现自动进液。仪器将 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，进液自动结束。



图 5-7 进液功能显示示意图

5.6.3 试剂混合功能

KF 试剂滴定剂长时间不使用后，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。

本功能类似于滴定管清洗功能，用户需要设定混合的次数。设置完毕，按“开始混合”键开始混合。



图 5-8 混合功能显示示意图

5.7 重复上次测量

本功能是为了方便用户使用而设置。每当用户进行过一次测量后，用户可以直接选择重复上次测量功能，无需再设置一遍测量参数。

在仪器起始界面，点击“重复上次测量”按键，仪器即启动测量。

5.8 开始测量

在仪器的起始状态下，点击“开始测量”键，仪器将列出方法参数设置界面，包括方法选择、方法参数、设备信息、样品&滴定剂、结果信息等几部分，如图。

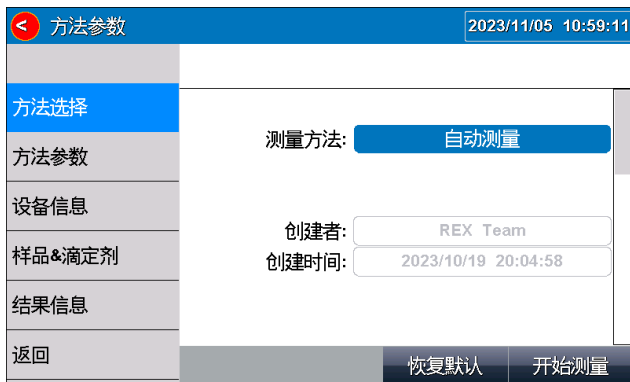


图 5-9 方法类型显示示意图

5.8.1 方法选择

本仪器提供自动测量、滴定度测定、卡氏炉自动测量、卡氏炉空白四种测量模式：

- 自动测量：本方法为容量法水分测量的基本方法，包括相关的控制参数、控制模型。可以自动按照用户设定的参数对样品水分进行测试；
- 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，测定的滴定度可以保存到方法参数里；
- 卡氏炉自动测量：本模式专门应用于使用卡氏炉测量的场合。需要连接卡氏炉仪器使用；
- 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。

5.8.2 方法参数

点击“方法参数”，可以对方法参数和漂移控制就行设置，具体参

数说明如下：

■ 方法参数

- 1) 滴定速度：仪器提供快速，中速和慢速三种滴定速度，用户可根据实际情况选择滴定速度；
- 2) 终点电位：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。默认终点电位为 200mV；
- 3) 极化电流：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 μ A 极化电流对应 40mV 适用于低含水量样品、25 μ A 极化电流对应 150mV 适用于常规水量，50 μ A 极化电流对应 200mV 适用于高含水量样品。仪器默认使用 50 μ A~200mV。在使用 1 μ A，25 μ A 极化电流时，如果滴定曲线波动较大，测试时间较长，可以选择 50 μ A 极化电流；
- 4) 结束体积：结束体积参数是为了保证防止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；



图 5-10 方法参数显示示意图

■ 漂移控制

- 1) 允许进样漂移：该漂移值为进样漂移，当仪器在终点附近测定的漂移值低于该允许进样漂移时，仪器便达到进样条件，允许进样；
- 2) 终止类型：仪器提供以下三种终止测量类型：
 - 绝对漂移：当仪器在终点附近测定的漂移值低于设定的绝对漂移时，仪器便达到终止条件，测量终止；
 - 相对漂移：当仪器在终点附近测定的漂移值低于仪器进样时漂移与设定的相对漂移之和时，仪器便达到终止条件，测量终止；
 - 终点延时：当测量达到终点后，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测量下去，一直到电位保持终点以下并持续一定的延时时间，则测量结束。
- 3) 漂移扣除：仪器提供以下两种扣除方法：
 - 按固定值计算：当整个滴定杯漂移值稳定时，则可以设定一个固定漂移值用于结果漂移扣除；
 - 按测量值计算：仪器选择进样前测的实时漂移值用于结果漂移

扣除。

方法参数		2024/01/30 08:55:33
	方法参数	漂移控制
方法选择		
方法参数	允许进样漂移:	15.0 μ L/min
设备信息	终止类型:	相对漂移
样品&滴定剂	相对漂移量:	5.0 μ L/min
结果信息	漂移校正:	按测量值计算
返回	开始测量	

图 5-11 漂移控制显示示意图

5.8.3 设备信息

设备信息包括设置滴定管、搅拌器、卡氏炉等参数。

方法参数		2023/11/05 12:41:57
	设备	卡氏炉
方法选择	测量前搅拌:	10s
方法参数	搅拌速度(1-45):	30
设备信息	滴定管类型:	10mL滴定管
样品&滴定剂	滴定管系数:	100.00%
结果信息	卡氏炉支持:	不使用卡氏炉
返回	开始测量	

图 5-12 设备信息显示示意图

1) 测量前搅拌和搅拌速度

对应某些测量，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。在进样后，我们通常会设定一定的时间用于样品的混合；

2) 滴定管类型和系数

仪器支持 10mL 滴定管和 20mL 滴定管；

3) 卡氏炉支持

可选择使用卡氏炉和不使用卡氏炉，选择使用卡氏炉便可对以下参数进行设置：

- 设定温度：该温度为卡氏炉的温度；
- 设定流量：该流量为卡氏炉的流量；
- 最小测量时间：在这段时间内，即使达到终止判定条件也不会终止滴定，提供卡氏炉进样时样品水分的萃取足够的时间；
- 空白类型和空白值：仪器提供两种空白类型，可以测量空白后自动保存和手动输入。



【注意】

仪器使用串口连接卡氏炉！所以，连接卡氏炉后，无法使用串口打印、或者通信。

5.8.4 样品&滴定剂

“样品&滴定剂”允许设置样品和滴定剂的相关参数。包括设置样品ID、样品量和样品单位。滴定度可以选择自动和手动设置两种方式。

在滴定剂结果中我们可以查看最近测量的滴定度，可以选择想要的几种滴定度进行保存。

方法参数		2023/11/05 12:59:02
	样品&滴定剂	滴定剂结果
方法选择	样品ID:	SAMPLE ID
方法参数	样品量:	30.000mg
设备信息	样品单位:	mg
样品&滴定剂	KF滴定剂:	Titrant
结果信息	滴定度选择:	手动设置的浓度值
返回	KF滴定度:	5.000mg/mL
		开始测量

图 5-13 样品&滴定剂显示示意图

5.8.5 结果信息

结果信息包括结果信息、输出设置信息。结果信息允许设置结果单位、测量结束后是否自动保存、自动输出等。

方法参数		2023/11/05 13:05:15
	结果信息	输出设置
方法选择	结果单位:	ug
方法参数	是否存储结果:	存储结果
设备信息	是否输出结果:	不输出结果
样品&滴定剂		
结果信息		
返回		开始测量

方法参数		2023/11/05 13:06:31
	结果信息	输出设置
方法选择	输出设备:	RS232打印机
方法参数	波特率:	9600bps
设备信息	输出仪器信息:	✓
样品&滴定剂	输出方法信息:	✓
结果信息	输出测量结果:	✓
返回	输出测量数据:	✓
	输出测量参数:	✓
	输出设备信息:	✓
		开始测量

图 5-14 结果信息显示示意图

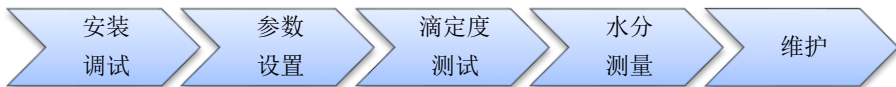
所有参数设置完毕，用户即可开始测量。

6 水分的测量

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。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) 将仪器连接好，并注入 KF 试剂；
- 2) 选用滴定度模式并设置相关参数，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；
- 3) 样品含水量测试时，选用自动测量模式（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；
- 4) 测量结束后，仪器显示测量结果，用户可保存、输出测量结果；
- 5) 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；
- 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。

6.2 滴定度测量

通常，我们已知浓度值的滴定剂，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。

在仪器起始界面，按“开始测量”键进入方法参数功能，点击测量方法选择“滴定度测定”，然后设置相关参数后，即可开始测量。



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

选择滴定度测试方法后，需要设置相关参数，包括极化电流、结束体积、搅拌速度、滴定速度、终点电位、允许进样漂移和终止类型等，具体含义和操作请参考上一章节。

表 6-1 是测量的相关经验值，用户可根据实际进行更换。

表 6-1 KF 滴定度滴定模式参数

参数	默认参数值	参数	默认参数值
极化电流	50 μ A	允许进样漂移	15 μ L/min
搅拌速度	20	终点类型	相对漂移终止
滴定速度	慢速	漂移值	5 μ L/min
终点电位	200mV	漂移扣除	按测量值计算
结束体积	30mL	/	/

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) μL 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 μL 微量注射器量取 20 μL 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

参考表 6.2.1，设置完所有参数后，按“开始测量”键即可开始测量。

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、方法类型、当前电位、添加体积、实时漂移等，以及当前电位值与添加体积的曲线图等。

在滴定过程中，仪器会自动进行采样、溶液的添加、实时漂移计算等过程，当达到允许进样条件后，则预滴定结束，用户便可进样。

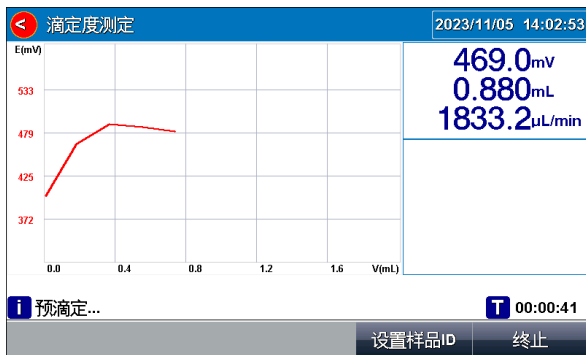


图 6-2 预滴定显示示意图

6.2.4 用户进样过程

预滴定结束后，仪器将提示“按加样键准备加样”字样，此时用户可以开始进样过程。

点击“开始加样”，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，完成后，按“开始测量”后仪器便开始滴定。

在测量过程中，可通过“设置样品量”、“设置样品 ID”进行样品信息的输入。



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，等测量结束，仪器显示测量结果。

滴定度测量结束后，仪器自动将测量结果添加到滴定度平行测量列表中，用户按实际选择、计算、保存即可。另外，用户也可以在“方法参数\样品&滴定剂页面\滴定剂结果”中查看，重新选择。

一次测量结束后，仪器将保持滴定杯无水状态，用户可以立即执行下一次的测量。

滴定度测定					2023/11/05 14:12:15	
No.	测量时间	测试员	测量结果	选择	27.4mV 1.480mL 0.0μL/min 本次测量结束 终点体积: 1.480mL 样品量: 7.000mg 漂移量: 11.667μL 测量结果: 4.768mg/mL	
1	2023/10/19 20:04:58	REX Team	5.050mg/mL	✓		
2	2023/10/19 20:04:58	REX Team	5.100mg/mL	✓		
3	2023/10/19 20:04:58	REX Team	5.150mg/mL	✓		
4	2023/10/19 20:04:58	REX Team	5.200mg/mL	✓		
5	2023/11/05 14:00:32	Admin	20.68mg/mL	X	本次测量结束 终点体积: 1.480mL 样品量: 7.000mg 漂移量: 11.667μL 测量结果: 4.768mg/mL	
6	2023/11/05 14:11:50	Admin	4.768mg/mL	✓		
平均值:5.054mg/mL						
i 本次测量结束					T 00:01:10	
重新测量		存贮		输出	设置样品ID	结束

图 6-4 滴定度测量结束显示示意图

6.3 样品测量

样品测量选用“自动测量”模式。测试过程包含参数设置、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，预滴定完成后，用户开始进样，进样结束再开始测量。

如果用户使用卡氏炉进样，则应该选择“卡氏炉自动测量”模式进行测量。另外，正式测量前，需要测定进样瓶空白值（6 次），选用“卡氏炉空白”模式，并将测试参数保持一致。

6.3.1 自动测量和卡氏炉自动测量模式参数设置

自动测量模式包含以下参数：极化电流、搅拌速度、滴定速度、终点电位、结束体积、KF 滴定度、终止类型、允许进样漂移和漂移扣除等。

如果是卡氏炉自动测量模式，将增加卡氏炉空白、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 自动测量模式参数

参数	默认参数值	参数	默认参数值
极化电流	50 μ A	测量前搅拌	10s
搅拌速度	20	终点电位	200mV
滴定速度	慢速	结束体积	20mL
空白(卡氏炉)	由测量所得	允许进样漂移	10 μ L/min
卡氏炉进样时间(卡氏炉测量)	500s	终止类型	相对漂移
卡氏炉温度(卡氏炉测量)	150 $^{\circ}$ C	相对漂移	3 μ L/min
卡氏炉流量	60mL/min	漂移扣除	按测量值计算

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。预滴定结束后，将进行漂移量的测定。

仪器显示有测量方法、测量分析时间、当前电位、添加的总体积量、漂移量，以及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，当达到终点判定条件后，则测量结束。

如果仪器发现已过用户所设定的结束体积，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测量或继续测量。

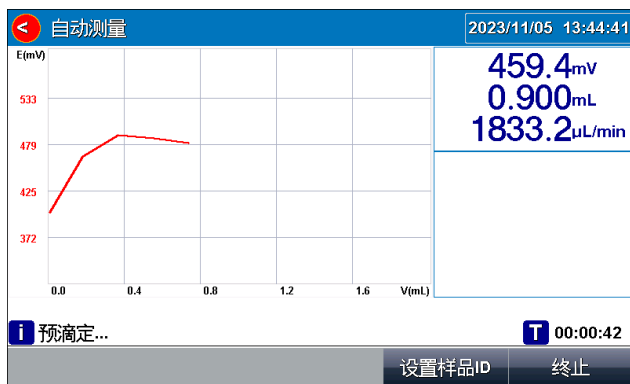


图 6-5 预滴定显示示意图

6.3.3 用户进样过程

对于容量法水分滴定，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。

整个测量过程类似于滴定度的测定。

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。与自动测量模式不同的是，卡氏炉进样按进样键就开始测量，无需再次按“开始测量”键，具体进样操作详见卡氏炉说明书。



图 6-6 等待进样显示示意图

【提示】

- 用户可按需选择 mg、mL 进样样品单位，mg、mg/L、%、ppm、μg、μg/L 等多种测量结果单位；
- 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。

6.3.4 测量过程

整个测量过程类型于预滴定，测量开始后，仪器将自动进行采样、溶液的添加、终点判断等过程，结束条件与选择的终止类型有关。

在测量过程中用户随时可以终止测量。

测量结束，仪器将显示实际的测量结果。用户可以保存、输出测量

结果。

测量结束后，仪器始终保持滴定杯无水状态，用户可以继续进行下一一次的测量。



图 6-7 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。

6.4.2 固体样品直接测量

如果待测固体样品可以溶解于卡尔费休试剂中，那么可以将样品研磨至合适的粒径后直接加入到容量杯中测试。首先在称量舟（用户自备）内放入适量的待测固体样品，天平上去皮，然后打开测量杯的固体加样口，再将称量舟内的固体样品从加样口倒入容量杯内，盖上加样口的塞子，然后开始测试，再将称量舟放置在天平上，读数即为待测固体样品的加入重量。

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℃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℃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 数据管理

7.1 查阅上次测量结果

每次测量结束，仪器自动记录测量的方法参数、测量结果、测量数据等信息，方便用户查看。

< 查阅测量结果		2023/11/05 14:57:16
测量结果	用户ID: Admin 测量方法: 卡氏炉自动测量 开始时间: 2023/11/05 14:22:09 结束时间: 2023/11/05 14:24:12 样品ID: SAMPLE ID 样品量: 7.000mg 搅拌类型: 下搅拌 搅拌速度(1-49): 30 极化电流: 1uA 滴定管类型: 10mL 滴定管 滴定管系数: 100.00% KF滴定度: 5.000mg/mL	
测量曲线		
测量数据		
打印输出	测量结果: 测量结果: 4.730mg 终点体积: 1.480mL 漂移: 0.000uL	
返回	查阅参数	



图 7-1 查阅上次测量结果显示示意图

7.2 查阅存贮数据

仪器允许存贮 200 套符合 GLP 规范的结果数据。在仪器的起始状态下，点击“查阅存贮结果”键，可查阅存贮的测量结果。

仪器支持多种查阅方式，可以按编号、存贮时间来查阅存贮的结果。仪器按表格、曲线方式显示匹配到结果。用户可以按实际需要输出、保存结果。

<

查阅存贮结果

2023/11/05 15:05:23

查阅设置

查阅结果

结果报告

输出设置

查阅内容: 容量法水分

结果匹配数: 0003

查阅方式: 按存贮编号查阅

起始序号: 0001

查阅区间: No.0001 ---- No.0003

结束序号: 0003

No.	EP	结果	测量时间
0001	1.970mL	9.849mg	2023/10/19 21:32:44
0002	1.970mL	9.766mg	2023/11/05 13:30:40
0003	1.480mL	4.730mg	2023/11/05 14:24:12

图 7-2 查阅存贮结果显示示意图

8 仪器维护与故障排除

8.1 仪器的维护

8.1.1 仪器正常使用环境

- 仪器使用时溶剂管理单元上的干燥器根据使用的频率，用久了还是要及时调换以免影响测试精度。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，须检查电源是否接受，应保证仪器良好接地；
- 通常，滴定杯中的 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。

8.1.2 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。

当需要清洗电极时候，可以将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。例如当电极测量油类样品时候，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；当电极沾有含盐沉淀，先用水清洗，再用乙醇冲洗。

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。

滴定杯清洗：将滴定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。

8.1.3 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。

8.2 常见故障排除

8.2.1 主机常见故障排除

表 8-1 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。

8.2.2 常见故障排除

表 8-2 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。
进液时 KF 试剂溶剂抽不进滴定杯	1、溶剂管理器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。	1、重新连接； 2、重新连接气路； 3、更换新的溶剂。
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、排液控制的电磁阀损坏。	1、重新连接； 2、重新连接气路； 3、联系公司，更换电磁阀。

表 8-2 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、滴定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、KF 试剂浓度过小。	1、用高速滴定参数滴定； 2、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、KF 试剂浓度过大。	1、用低速滴定参数滴定； 2、更换 KF 试剂浓度变小。
滴定杯中溶液变深褐色	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。
滴定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、滴定杯中进入空气水分； 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真空润滑硅脂； 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； 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。

9 技术支持

9.1 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。

9.2 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。



9.3 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）。

9.4 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。



9.5 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
滴定管装置 10mL	含滴定管端盖(10mL)、10mL 滴定管、滴定管外套、活塞(10mL)、紧固螺母等
滴定管装置 20mL	含滴定管端盖(20mL)、20mL 滴定管、滴定管外套、活塞(20mL)、紧固螺母等
SFK-503V-3 液体容量杯	容量法（含液体容量杯/CDY-4 指示电极）
SFK-503V-3 液体容量杯 （不含电极）	容量法（含硅胶垫片、滴定垫圈、带孔螺母、气体干燥塔、玻璃塞等）
SFK-503V-2 容量杯	容量法（含容量杯/CDY-4 指示电极）
SFK-503V-2 容量杯 （不含电极）	（容量法）（含硅胶垫圈、滴定垫圈、玻璃塞、带孔螺母）
防扩散滴定管	控制滴定溶液的滴加量
管路套装	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
微量进样器	100 μ L、1000 μ L，液体进样用途
KF-4 试剂	适用容量法水分仪，含 KF-4A 试剂（500mL）、KF-4B 试剂（500mL）各 1 瓶，滴定度：（3-5）mg/mL
CDY-4 型指示电极	6 芯指示电极，测量溶液电位，用于终点判定
干燥剂（5A 分子筛）	5A 分子筛 500g
硅胶垫片	10 片/包，与容量杯配套使用

9.6 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

10 附录

附录 1 水密度表

温度℃	密度 (g/cm ³)	温度℃	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 串口打印机的选购

- 打印机需支持标准 RS-232 接口。
- 打印机设置为 9600,n,8,1，即 9600bps 的波特率，无奇偶校验，8 位数据位，1 个停止位。
- 可选择热敏打印机，也可选择针式打印机。

支持 RS-232 标准的打印机有两大类，一类为热敏打印机，打印速度快；配置打印纸分为普通热敏打印纸和长效热敏打印纸。使用普通热敏打印纸打印的数据仅可用于短期保存，时间久字体会模糊；长效热敏打印纸使用成本相对较高，但是打印的数据可长期保存；另一类为针式打印机，打印速度偏慢，声音较响，需定期更换色带，但是打印的数据可长期保存，常用于打印比较重要的数据。

为了您方便快速地选到适配的打印机，请咨询客户服务热线 400-827-1953 选购。