KF—1 型水份测定仪使用说明书

一、原理

本仪器为卡尔·费休(Kart Fischer)容量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：

$$I_2+2e \rightleftharpoons 2I^-$$

溶液中同时中存在 I_2 及 I^- 时上述反应分别在二个电极上进行，即在一个电极上 I_2 被还原，而在另一个电极上 I^-被氧化，因此两个电极之间有电流通过。如果溶液中只有 I^-而无 I_2 则电极间无电流通过。当滴定终点时溶液中有微量卡尔·费休试剂存在，即有 I^-及 I_2 同时存在，这时溶液导电,仪器显示滴定到达终点。

反应式：

$$I_2 + SO_2 + 3C_5H_5N + CH_3OH + H_2O \rightarrow 2C_5H_5N \cdot HI + C_5H_5N \cdot HSO_4CH_3$$

可以根据滴定反应中所消耗的卡尔·费休试剂量来计算出水份的含量。

二、仪器性能及适用范围

1、仪器性能：

1）测量范围：30×10^{-6}~100％

2）以水为标样，测定卡尔·费休试剂的水当量，平行测定相对误差≤3％

3）电源电压：交流 220V 士 22V

2、适用范围：

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。

水份仪可广泛用于化工原料的水份含量测定。根据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、不饱和的碳氢化合物、缩醛、酸类、酰基卤、醇类、稳定的酰、酰胺、弱的胺、酐、二硫化物、脂类、醚卤化物，碳氢化合物、过氧化物，原酸脂、亚硫酸盐、硫氰酸盐及硫醚等。

无机化合物—酸、酸性氧化物、酐、过氧化钡、碳化钙、干燥剂、硫酸肼、部分有机和无机酸的盐等。

测定水份含量在 0.1％~10％时可选用 10ml 滴定管(最小分度为 0.05 ml)

测定水份含量＜0.1％的试样时，应适当增大取样量并可选用 5ml 或 2ml 滴定管(最小分度为 0.02 ml 或 0.01ml)

测定水份含量＞10％的试样时，应适当减小取样量并可选用 25ml 滴定管(最小分度为 0.05ml)。

本仪器主要特点有：

1、电路设计合理、使用方便，性能可靠。

2、电磁搅拌器采用直流电机无级调速，搅拌速度可以任意调节。

3、滴定系统采用标准磨口，便于不同容量规格的滴定管互换使用。

4、用通过干燥的空气加压排除反应瓶中废液，操作方便，整个操作在密闭系统中进行，安全可靠。

5、装置简易、调换干燥剂方便。

6、外型美观大方。

本仪器性能良好，使用方便。已被许多行业推荐为贯彻国家标准的测试仪器（如：GB7376-87 工业氟代甲烷类中的微量水分测定）。1983 年该产品获国家经委颁发的产品金龙奖、上海市经委颁发的新产品三等奖。

KF-1A 型水份仪有温控装置，用于制冷行业的水份测定；KF-1B 型水份仪具有智能化功能，操作过程更简单方便。

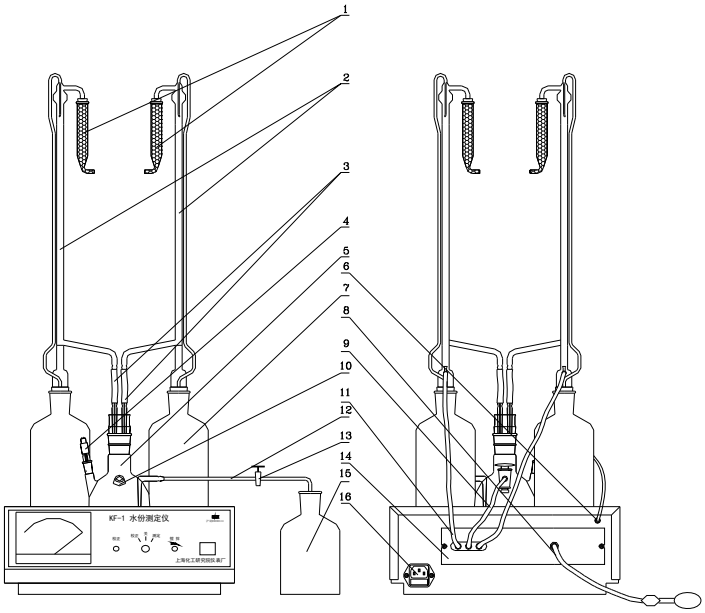
三、仪器主要部件规格

1、配备有最小分度为 0.05 ml 的 B 级 10ml 滴定管二套；750ml 标准磨口棕色储液瓶二个。
2、五口反应瓶一只，配有：① 标准磨口铂电极一支 ② 具有二根滴头的标准磨口一个。
3、接有橡皮双连球的大干燥管一个，长 190 mm、直径 25 mm。
4、其它：电源线一根、称样管 5 个、搅拌棒 1 个、玻璃珠若干粒、小干燥管 2 个。
5、仪器尺寸：330×260×110 mm

四、操作方法

开机准备工作：

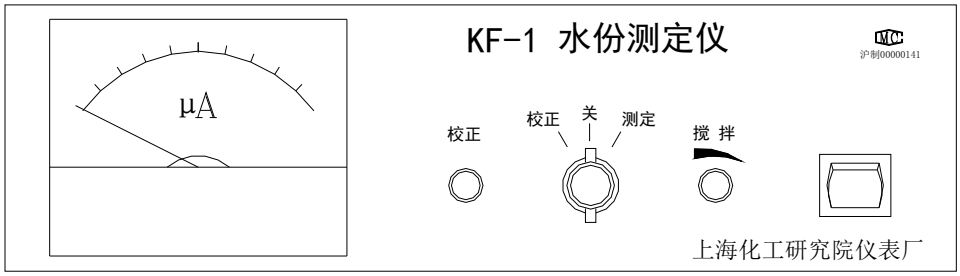
1. 仪器安装位置如图所示。



1.小干燥管　2.滴定管　3.滴定头　4.电极　5.五口反应瓶　6.电极插座　7.贮液瓶

8.双链球　9.排液进气口　10.加料口　11.滴定管空气进气口　12.废液出口　13.螺丝夹(自备)

14. 后面版　15. 废液瓶(自备)　16. 电源插座及保险丝



2. 将电极探头两端平行分开 2㎜ 左右，插入五口反应瓶电极位置中，另一端的插头插入仪器后面的电极插座。
3. 用乳胶管连接五口反应瓶滴定头和滴定管，并在乳胶管中放入一个玻璃珠。

4. 在小干燥管塞上开一个孔，插入滴定管，取出小干燥管上的乳胶管中的玻璃珠。
5. 关闭五口反应瓶上的排液进气口的玻璃阀门。（如果需要将五口反应瓶中的液体排出则应打开排液进气口的玻璃阀门，堵住连接滴定管的的乳胶管，用双链球加压将五口反应瓶中的液体排入废液瓶。）
6. 在贮液瓶中倒入适量卡尔·费休试剂。
7. 加入无水甲醇(分析纯)于反应瓶中，至淹没电极裸露端。
8. 用手指压住滴定管上的气孔，另一手用双链球加压将卡尔·费休试剂缓缓地由贮液瓶压入滴定管的满刻度（零位）后松手。
9. 开启电源。将波段开关拨到“校正”位置，调节“校正”旋钮，使电流表调到满度（50μA）, 然后将波段开关拨到“测定”位置。
10. 调节搅拌器旋钮，使反应瓶中的液体在搅拌的作用下产生旋涡。

1.滴定甲醇中的水份：

用手按动滴定管上的滴定玻璃珠，用卡尔·费休液滴定甲醇中的水份。随着卡尔·费休液进入反应瓶，此时电流表指示数值开始上升并会出现跳动。此时应继续滴定，随着卡尔·费休液不断进入反应瓶，电流表指示数值会逐步增大。反应瓶中的液体颜色也会由浅转为棕色，当电流表接近 45～48μA 处, 并基本不变，即可认为定此值为滴定终点。

2.标定卡尔·费休试剂：

用双链球加压使卡尔·费休试剂到达滴定管满刻度（零位）。再用 10μl 微型注射器取蒸溜水 A (标准水，例如 10μl)。通过加料口橡皮塞注入反应瓶中（不要将水溅到瓶壁，从而影响测量精度），这时反应瓶中原有棕色即变为淡黄色。此时电流数会由大变小直至最小。这时应进行滴定，随着卡尔·费休试剂进入反应瓶，电流数会逐步增大。当电流表接近终点时(45～48μA)且基本不变，即可认为到达滴定终点。此时应记下滴定管中所消耗的卡尔·费休液的体积 B(单位 ml)，进行卡尔·费休试剂滴定度 T 的计算。

$$T = \frac{A}{B}$$

式中：A：标准水的重量，mg。　　（注：1μl 的水重 1mg）

B：滴定时所消耗的卡尔·费休液的体积，ml。

3.样品的测定：

用双链球加压使卡尔·费休液试剂到达滴定管满刻度。

液体样品的测定：用注射器(其大小应根据样品中水份含量多少而选择，下同)取样品通过加料口注射于反应瓶中，然后进行滴定，滴定至终点，记下样品消耗试剂量 V(单位 ml)。

固体样品的测定：用称量管取适量的样品，先对样品进行称重(准确至 0.1mg)。打开加料口迅速将称量管样品倾入反应瓶中，立即盖紧橡皮塞，搅拌溶液至试样溶解后，然后进行滴定，滴定至终点，记下样品消耗试剂量 V(单位 ml)。

4. 百分含量计算：

$$\text{百分含量} = \frac{T \cdot V}{G} \cdot 100\%$$

式中：T-------卡尔·费休试剂滴定度 T(mg/ml)。

V-------滴定样品时所消耗的卡尔·费休液的体积(ml)。

G------样品的重量(mg)。

注：若需继续进行其他样品的测量，只需重复上述第 3 步（样品的测定）和第 4 步（百分含量计算）即可。

五、安全维护

1、**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或进入仪器内部造成仪器损坏。**

2、标准磨口均应涂有硅脂，并经常转动。

3、卡尔·费休试剂对人身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。

4、卡尔·费休废液要排入固定密封瓶中，按有害物质处理。不可敞开放置或任意排入下水道以防污染环境。

5、在仪器的机箱后面开有观察窗。如发现硅胶变成红色或白色，则应更换。拧下后面板两侧的固定螺丝，卸下后面板，将变色的硅胶放在 105℃烘箱中加温，待其还原成天蓝色后，放置干燥管中冷至室温后再用。

6、如果所用的无水甲醇的水份含量较高，可先用 5A 分子筛对其脱水，然后再用。

六、一般性故障处理

1、仪器开关置于“校正”档，调节“校正”旋钮，若发现电流表指针不变，应检查波段开关、电位器、表头上的接线是否脱焊或断线。

2、当仪器开关置于“测定”档，滴定时，若发现电流表指针不变，应检查电极是否脱焊或断线。

3、 调节搅拌器旋钮，搅拌器如不能转动，可将反应瓶移出，取出塑料板，用手指拨动两块磁铁，可否转动。

4、 五口反应瓶中电极丝应分开，不可短路。仪器长期不用时应将铂电极从五口反应瓶中取出，用清水漂洗，并将电极丝用滤纸擦拭后保存。

5、 使用一段时期后，如发现滴定灵敏度降低，应将铂电极浸入 5%的稀硝酸溶液中浸泡 24 小时，然后取出，用清水漂洗，擦干后再使用。

上海化工研究院仪表厂