

KX-A9

卡尔费休微量水分测定仪 使用说明书



免责及质保

一、免责

1. 本手册提及的产品规格和资讯仅供参考，如有更新，恕不另行通知。
2. 在使用仪器之前，请仔细阅读“安全警示和注意事项”以及手册中明确强调的注意事项，本公司对违规操作造成的事故不负任何责任。
3. 该产品用于专业性较强的特殊行业。对其使用和操作人员，必须具备相关专业知识和操作能力。操作失误造成的使用事故，本公司概不负责。

二、质保

1. 本公司对所有产品在出厂前，都进行了严格的产品检验，并对所有非人为损坏的产品质量问题，自出厂之日起免费保修一年。
2. 如在仪器质保期内，因不规范的操作、不符合要求的使用环境、人为过失、意外事件、不当的储存或运输原因造成的问题，本公司人负责维修，但只收更换部件的成本费。
3. 对于超出质保期的仪器，本公司将采取有偿维修和服务。当发生以下情况之一时，该产品将不再享受到本公司的保修及服务：
 - A. 自行拆解、组装、拆机、改造的仪器或通过非正常渠道购买的本公司产品。
 - B. 非本公司直属机构及授权人员，擅自维修过的仪器；
 - C. 产品防拆机易碎膜破裂的仪器；未使用厂家原装耗材而造成仪器测定故障的仪器；

特别说明：本套说明书，仅供用户操作指导和参考，如发生技术变更，本公司不再另行通知，用户可登陆本公司官网查看最新说明书。

目 录

安全警示及注意事项.....	2
第一章 仪器概述	3
一、简介	3
二、测定原理	3
三、适用标准.....	4
四、技术参数.....	5
第二章 仪器的到货、验收及安装.....	7
一、检查运输质量.....	7
二、核对型号及数量.....	7
三、仪器安装要求.....	7
四、滴定池清洗、干燥和装配.....	8
第三章 试剂的注入与调试.....	10
一、试剂的注入.....	10
二、试剂的寿命.....	10
三、试剂的调试.....	10
第四章 仪器的操作及功能.....	12
一、通用操作说明.....	12
二、仪器主页.....	12
三、测试界面.....	12
四、测试选项.....	13
五、测试方法.....	14
六、数据查询.....	14
七、更多设置.....	14
第五章 样品测定	15
一、仪器标定.....	15
二、样品测定.....	17
第六章 注意事项	19
一、电解液的注意事项	19
二、测定的注意事项.....	19
三、安全注意事项.....	19
第七章 维护与保养.....	20
一、电解液的维护	20
二、硅胶垫的更换.....	20
三、变色硅胶更换.....	20
四、滴定池磨口的保养	20
五、滴定池磨口粘接处理.....	20
六、测量电极保养.....	20
七、阴极室保养.....	21
八、电极插头、插座保养.....	21
第八章 仪器简单故障处理.....	22

安全警示及注意事项

- ◆ 在使用仪器之前，请细读“安全警示和注意事项”，以确保安全和正确的使用该仪器。
- ◆ 在遵守使用原则的前提下，可以增加产品的使用寿命，并可以避免发生危险。
- ◆ 以下为手册所提供的安全提示符：

 Prohibited (禁止)	 Caution (注意)	 Compulsory (执行)	 Dismantling (禁止拆卸)	 Power Supply (拔掉电源)
被禁止的操作	需要注意的操作	必须强制的操作	禁止进行拆卸	拔出电源

- ◆ 以下规定是安全警示和注意事项，是必须遵守的规定：

 Prohibited (禁止)	<ul style="list-style-type: none"> ● 请勿在高湿、高温或灰尘多的地方存放或工作，以免造成仪器硬件故障。 	 Caution (注意)	<ul style="list-style-type: none"> ● 请仔细阅读本手册，在掌握了仪器的各个功能及注意事项后，再进行操作。
	<ul style="list-style-type: none"> ● 仪器及备件不具备防水功能，应防止被水淋湿等情况发生。 		<ul style="list-style-type: none"> ● 如果电源线已损坏（导线外露或断裂）请勿再使用，以免引起触电。
	<ul style="list-style-type: none"> ● 避免强烈碰撞、震动、否则可能导致仪器光路损坏。在搬运过程中建议使用仪器原包装。 		<ul style="list-style-type: none"> ● 卡尔·费休试剂易燃并有毒性。如皮肤不慎接触，请立即用大量的水冲洗。如果眼睛不慎接触，请立即用大量的水冲洗并立即就医。
 Dismantling (禁止拆卸)	<ul style="list-style-type: none"> ● 禁止仪器在有腐蚀性气体的空间工作，以免造成电路系统的损坏。 	 Compulsory (执行)	<ul style="list-style-type: none"> ● 确保所使用的电源要有可靠接地线！如未接地，可能导致人身伤亡事故。
	<ul style="list-style-type: none"> ● 请勿擅自拆开仪器进行维修或更改其内部结构，以防事故及故障的发生。 		<ul style="list-style-type: none"> ● 在实验过程中必须做好个人防护工作（实验服、手套、眼罩、口罩）
 Power Supply (拔掉电源)	<ul style="list-style-type: none"> ● 请勿在湿手时插拔电源线，以防触电。 		<ul style="list-style-type: none"> ● 请不要在有爆炸危险性的环境内工作！仪器外壳并非完全气闭，存在因火星、气体进入造成爆炸的可能性。
	<ul style="list-style-type: none"> ● 请勿在强光直射的情况下使用仪器。 		<ul style="list-style-type: none"> ● 仪器中配带的试剂，应在干燥、密封、避光、低温等条件下储藏。
	<ul style="list-style-type: none"> ● 当水或其他液体不慎进入仪器时，请立即关闭仪器，并将电源插头从插座中拔出。 		<ul style="list-style-type: none"> ● 仪器使用结束后，产生的废液，应集中储存并处理，请勿随意搁置或倾倒。
			<ul style="list-style-type: none"> ● 使用化学品和溶剂时，请遵照使用指导和通用实验室安全规范！

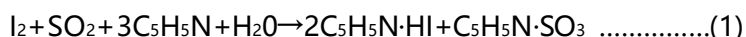
第一章 仪器概述

一、简介

KX-A9 “精湛型”卡尔费休微量水分测定仪利用的是卡尔费休库仑法（电量法）的原理去快速测定样品中的微量水分，测定水分低至 0.001ppm，可以在 1 分钟内测定出固体、液体、粉体的微量水分，仪器自带打印功能，可以储存 500 组数据，可实时查询并打印！合理的导航式提醒及内置电子说明书，让仪器操作不再复杂，KX-A9 符合多项国家及国际水分测定标准，内置八种水分计算公式，6 种测定方法能够使用各行业水分测定需要，广泛应用在化工、石油、医药、电力、食品、科研、检测等行业。

二、测定原理

本仪器采用的测量原理为卡费休库仑法。其原理系基于有水时，碘被二氧化硫还原，在吡啶和甲醇存在的情况下，生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸氢吡啶。反应式为：



所用试剂溶液是由一定浓度的单质碘、I⁻及溶有二氧化硫的甲醇等混合而成。测量的依据是一定浓度的单质碘与 I⁻所构成的平衡体系的导电能力，加在两电极上电流后使电极上分别交替发生如下反应：



通过电解在阳极上形成碘，碘又与水反应生成氢碘酸，直至水全部反应完毕为止。化学反应的终点由一铂电极来指示。

溶液中存在过量的 I⁻，但 I⁻的浓度变化不对溶液导电性产生较大影响，而单质碘浓度在一定范围内变化时，将导致溶液导电性的有效变化，我们取单质碘浓度越高溶液导电能力变化越大这一范围为测量有效范围，通过测量加在浸入溶液的铂电极两端的电压所产生的电流强度的数值来反映溶液导电能力的强弱。

依据法拉第定律，得到样品中水分含量计算公式：

$$W = \frac{Q}{10.722} \dots\dots\dots(5)$$

式中：W——样品中的水分含量，单位：微克（μg）

Q——电解电量，单位：毫库仑

把样品注入电解液中，样品中的水参加反应，通过仪器可测定出反应过程中碘的变化，而碘的消耗量可根据电解出相同数量碘所用的电量经仪器计算，在液晶显示器上直接显示出待测定的水的质量。该仪器采用电解电流自动控制系统，电解电流的大小可根据样品中水分的含量进行自动控制，最大可达到 400 毫安。在电解过程中，水分逐步减少，电解速度随之按比例减小，直到平衡点，相应的滴定终点控制回路开启，仪器停止测量过程累积。这一系统保证了分析过程中的高精度、高灵敏度和高速度。另外，在测定过程中，难免还会引进一些干扰因素，如从空气中浸入的水分，导致滴定池内产生空白电流。但是，由于仪器具有记存和扣除空白电流的功能，所以在液晶显示器上所显示的质量，就是样品中真正的水分质量。

最终水分质量 W 参与到水分浓度的计算中，由仪器自动计算水分：

$$MC\% (\text{水分}) = W_{\text{水重}} / W_{\text{样品总重}}$$

$$W_{\text{样品总重}} = W_{\text{总重}} - W_{\text{毛重}}$$

仪器可根据客户需求显示%，ppm，mg/kg 等浓度单位！

三、适用标准

序号	适用标准
1	GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔费休法
2	ASTM E1064-2008 卡尔费休库仑滴定法测定有机液体含水量
3	GB/T 7600-1987 运行中变压器油水分含量测定法(库仑法)
4	ASTM D4928-00 (2010) 卡尔费休库仑滴定法测定原油中含水量
5	ASTM D6304-2007 卡尔费休库仑滴定法测定石油产品、润滑油和添加剂中水含量
6	ISO 10337-1997 原油的水分的测定 卡尔费休库仑滴定法
7	GB/T 11146-2009 原油水含量测定 卡尔费休库仑滴定法
8	GB/T 3727-2003 工业用乙烯、丙烯中微量水的测定
9	GB/T 5074-1985 焦化产品水分含量的微库仑测定方法
10	GB/T 6023-2008 工业用丁二烯中微量水的测定 卡尔费休库仑法
11	GB/T 7376-2008 工业用氟代烷烃类中微量水分的测定 卡尔费休法
12	GB/T 18619.1-2002 天然气中水含量的测定 卡尔费休库仑法
13	GB/T 18826-2002 工业用 1,1,1,2-四氟乙烷 HFC-134a
14	SH/T 0246-1992 轻质石油产品中水含量测定法(电量法)
15	SH/T 0255-1992 添加剂和含添加剂润滑油水分测定法 (电量法)
16	ASTM E1064-2008 卡尔费休库仑滴定法测定有机液体含水量
17	ASTM D4928-00 (2010) 卡尔费休库仑滴定法测定原油中含水量
18	ASTM D6304-2007 卡尔费休库仑滴定法测定石油产品、润滑油和添加剂中水含量等方法
19	GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔费休法
20	ASTM E1064-2008 卡尔费休库仑滴定法测定有机液体含水量
21	GB/T 7600-1987 运行中变压器油水分含量测定法(库仑法)
22	ASTM D4928-00 (2010) 卡尔费休库仑滴定法测定原油中含水量
23	ASTM D6304-2007 卡尔费休库仑滴定法测定石油产品、润滑油和添加剂中水含量
24	ISO 10337-1997 原油的水分的测定 卡尔费休库仑滴定法
25	GB/T 11146-2009 原油水含量测定 卡尔费休库仑滴定法

四、仪器主要技术参数

产品在不断优化升级，本公司保留对该手册及手册中描述的产品指标，有随时进行升级改进的权利，无需另行通知。



1、主要技术参数

项目	参数
产品型号	KX-A9
测定原理	卡尔费休库伦法（电量法）
测量速度	40 μ g H ₂ O/s(最大)
测量范围	0.1 μ g-350mg
测量准确度	水含量在 100 μ g 水-1000 微克时，误差 $\leq\pm 2\mu$ g,水含量在 1000 微克水以上时，误差 $\leq\pm 0.2\%$ (不含进样误差)，标准比偏差 $\leq 0.3\%$
测量分辨力	0.1 μ g H ₂ O
水含量（浓度范围）	0-100%
电解电流	0-400mA 可调节
水分浓度分辨率	0.001
浓度单位	%、ppm、mg/kg
搅拌速度	无级触摸调节
漂移值空白值扣除	自动扣除
特殊功能	自动漂移补偿、环境及本底水分自动扣除、选配电脑工作站、故障自检提示
显示及操作	5 寸彩色触摸屏显示操作
样品编号	用户可自由设定样品编号
存储数据	500 条
打印功能	内置低能耗高速热敏打印机，56 毫米纸宽
打印内容	根据用户测量公式及测量结果显示不同内容
日历/时间	当前时间、日期、检测时间日期显示并打印输出
终点指示	屏幕提示 / 打印输出 / 声音警告 / 终点灯指示
使用环境	温度 2 $^{\circ}$ C-50 $^{\circ}$ C，湿度 $\cdot 90\%$
功率消耗	≤ 50 W
主机尺寸	350mm*300mm*170mm
电源电压	220V 50HZ 150W
重量	8KG

2. 产品特性

序号	特点
1	本底电流和当前电流自动控制，不受空气或载气水分的干扰
2	电解电流及电解终点的可调设定，可以在最大程度上适应不同样品对电解灵敏度的需求
3	独家汇聚八种水分浓度显示方式六种水分测定方法，可满足您的任何样品的测定需求
4	多种数据显示方式：样品重量、水分含量（ μg ）、测定时间、ppm、%、样品编号、电解电流、本底电流（环境或载气干扰产生的电流）电位，测定时间、系统时间、操作员编号，符合 GLP 实验记录标准
5	最大可储存 500 组数据，任您随时调取并打印
6	进口材料及进口零部件，仪器稳定、精准、使用寿命长是我们永恒的追求
7	数据处理 CPU 选用美国原装进口芯片，保证仪器运算的稳定、精准
8	彩色触摸屏操作系统，智能 AI 操作界面，快捷，方便，自带中文导航及电子说明书
9	外观专利设计，静电喷塑工艺环保、易清洁、耐腐蚀
10	内置热敏高速打印机及前置电源开关，让您再使用仪器的过程中感觉更加便利
11	RS232 串口，可扩展选配计算机通讯、电子天平通讯及网络化管理
12	内置中英文语言，可定制其他语言方便国际化友人的使用
13	符合多项国家标准、适用于各行各业

3. 仪器的外观

KX-A9 前视图（主视图）	KX-A9 侧视图
	

第二章 仪器的到货、验收及安装

一、检查运输质量

1、运输过程中损坏

仪器运输到货之后,应首先对包装箱外观进行仔细检查,判断是否存在因运输过程中发生翻倒、碰撞、跌落而造成损坏的痕迹。仪器在拆箱时,应仔细检查仪器及配件,如发现损坏应先通知运输公司,后通知厂家。

在运输过程中损坏的配件由厂家负责免费进行更换

2、签收后的验收损坏

因买家没有及时拆箱验收,后拆箱发现仪器及配件损坏的,厂家不负责免费更换。

二、核对型号及数量

为确保发运的是全部零配件,仪器拆箱后应仔细按照装箱单核对发送的仪器型号是否正确,配件是否齐全,如有差错,应及时通知生产厂家。

1、配件不全

厂家给予免费邮寄不全的配件

在运输过程中损坏的配件由厂家负责免费进行更换

2、配件错误

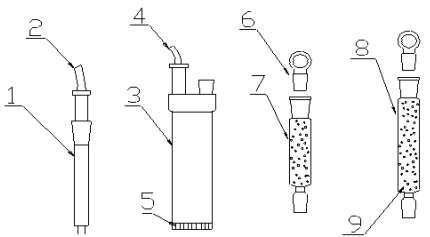
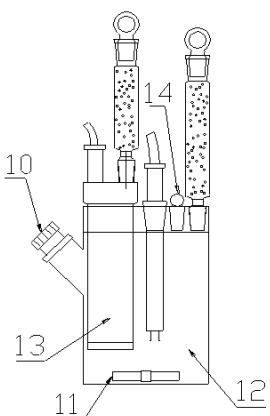
先将错误配件邮寄给厂家,厂家收到后进行出入库操作将正确的配件寄给用户

三、仪器安装要求

序号	名称	具体要求
1	场地要求	无尘实验室,有条件者可放置于通风橱内
2	环境温度	5-40℃,温度过高,试剂挥发加快
3	环境湿度	不大于 55%,湿度过大影响仪器寿命及测试精度并降低试剂寿命
4	供电要求	AC220±5V, 50±0.5HZ, 电流不小于 2A, 接地良好
5	仪器位置	水平放置于桌面,与墙面及窗户保持距离。
6	试剂保存	卡尔费休试剂避光 0-8 摄氏度保存
7	避光放置	仪器不得直接照射阳光及小太阳取暖器
8	其他要求	腐蚀性气体对仪器内部电路会造成损坏,缩短仪器使用寿命

四、滴定池的清洗、干燥和装配

1、滴定池的结构

图示	注释
	(1) 测量电极 (2) 测量电极连接线 (3) 电解电极 (4) 电解电极引连接线 (5) 离子过滤膜 (6) 干燥管玻璃磨塞 (7) 阴极室干燥管 (8) 阳极室干燥管 (9) 变色硅胶 (干燥剂)
	(10) 进样口 (标配液体进样口) (11) 磁力搅拌子 (12) 阳极室 (13) 阴极室 (14) 电解池玻璃磨塞

2、滴定池的清洗

全新的滴定池无需清洗可以直接使用，当后期滴定池内部水分较大或污染时可以清洗

2.1 滴定池清洗方式

序号	清洗方式	功能
1	可水洗	滴定池、干燥管、密封塞可用水清洗
2	溶剂洗	测量电极和电解电极不能水洗，可以用无水乙醇，甲醇，丙酮进行清洗

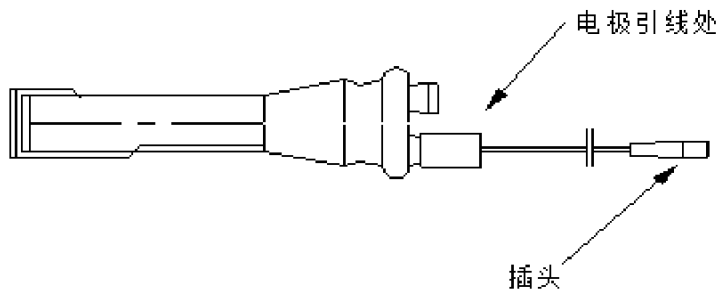
以上所有配件清洗后都需要烘干，烘干温度和方式见 2.2

2.2 滴定池烘干方式

序号	烘干方式	功能
1	烘箱 80-105℃	滴定池、干燥管、密封塞水洗后烘干自然冷却
2	烘箱恒温 55℃	测量电极和电解电极烘干温度不能超过 55℃，超过 55 度易损坏电极如遇紧急情况，可使用吹风机烘干。

遇紧急情况，可使用吹风机烘干。

注意：清洗和使用吹风机的时候要避开电极引线处和插头，否则易损坏电极和造成测量不准确。



3、装入变色硅胶

3.1 把蓝色的变色硅胶分别装入两根干燥管中，注意不要把硅胶粉末装入。

3.2 长的干燥管安装在阳极室对应磨口圆孔处；短的干燥管安装在阴极室磨口圆孔处。

3.3 当所有变色硅胶由蓝色变浅后，需要更换新的变色硅胶。吸水后颜色变浅的变色硅胶可用 150 度放置于烘箱中，烘干后重复使用 2-3 次。

3.4 变色硅胶短时间内变为蓝色的原因可能是环境湿度过大，进入电解池瓶内，需保证仪器处于湿度较小的环境下；另外测量气体和使用卡氏加热炉方案时气体和载气的水分也会造成此情况。

4、装入（更换）密封垫片

序号	配件	功能
①	四氟进样塞旋塞	用于旋转压住硅胶垫，保证密封性
②	密封硅胶垫	需要更换的进样针刺穿硅胶垫， 发现气密性不好时应立即更换
③	四氟进样塞主体	固定在电解池进样口处的液体进样配件主体

进样塞装配图

更换方式：使用一字螺丝刀旋下部件 1，取下并更换新的部件 2，再旋紧部件 1 即可

5、放入搅拌子

完成上述步骤后通过样品主入口或顶部的 14 号圆孔处放入搅拌子

6、真空油脂（真空硅脂）

非必要性操作：可在环境湿度较大的情况下酌情考虑是否需要涂抹真空油脂，初次安装可不用涂抹，用户需视使用情况而定是否需要涂抹真空油脂

6.1 涂抹位置

为增强密封性可以在各配件连接处均匀涂抹真空油脂，可涂抹的有测量电极、阴极室电极、阴极室干燥管、进样旋塞、密封塞的磨口处。

6.2 旋转部件

涂抹完成后轻轻的转动各部件使其更加均匀密封性更好

6.3 注意事项

6.3.1 干燥管顶部的塞子不要涂抹真空油脂

6.3.2 可以使用凡士林替代真空油脂密封使用

6.3.3 真空油脂和凡士林容易固化粘住各配件连接处，必须每周旋转各配件活化真空油脂或凡士林，防止固话后无法取出配件。

第三章 试剂的注入与调试

一、试剂的注入

1、阳极室试剂添加

将大约 100-150mL 的试剂用漏斗（必须干净、干燥）通过 14 号配件处注入至阳极室，注入试剂在阳极室的两个刻度线之间。（当试剂含量低于下刻度线时可适量添加试剂或更换新的试剂）

2、阴极室试剂添加

2.1 用漏斗向阴极室添加试剂使得试剂液面高度与阳极室试剂液面高度要保持一致。

2.2 若忘记像阴极室添加试剂，无需惊慌，等待阳极室试剂自行渗透至阴极室即可。

3、电解池的连接

将电解池放入电解池孔位后将两根电极的插头分别按照颜色和卡槽位置对应插入。

4、注意事项：

4.1 以上操作应该在通风橱内进行

4.2 以上操作需操作人员佩戴口罩，护目镜，一次性丁腈手套，避免试剂与皮肤、眼镜接触，避免吸入试剂，如与皮肤接触，请立即使用清水清洗，如与眼睛接触，用清水清洗完全后，立即咨询医生。

4.3 卡尔费休试剂 MSDS 安全报告请参考厂商配送的 MSDS 资料卡

4.4 全新的试剂应该是不透光呈现棕红色或棕黑色的试剂，遇水会变成淡黄色。当电解电极加入试剂后，要轻轻摇晃电解电极；如变成淡色，就重新加入电解液，直到不变成淡色。如多次变色，就是电解电极干燥效果不好，请重新干燥后，再加入试剂。

二、试剂的寿命

以下情况出现其二可能失效：

- 1、试剂使用一个月以上
- 2、试剂颜色变深，仪器含水处缓慢的有规律的电解计数
- 3、仪器很难或无法平衡达到稳定状态
- 4、用纯水验证或者样品测定的准确性重复性很差

三、试剂的调试

1、推荐使用原厂的试剂，原厂试剂加入了过量的碘离子以延长试剂的保存期，所以在更换试剂第一次使用的时候需要进行试剂调试去除多余的碘离子！其保存时的颜色为棕红色或棕黑色，调试后呈现淡黄色。

2、仪器开机后自动进入样品测定界面，检查搅拌子是否转动，如果不转动调节搅拌速度使其转动（参考仪器设置）

3、用 50 μ L 进样器，抽取 50 μ L 的纯水（蒸馏水、去离子水）通过进样口，缓慢的注入到电解池内部，注入过程中实时关注电解池中试剂颜色的变化，颜色变淡时要更加缓慢的注入。

4、当仪器屏幕“测量电位”值超过 1500 和仪器红色状态栏提示正在稳定过程中……请立即停止注入纯水，等待仪器反应掉刚刚注入过多的纯水即可。

5、仪器平衡后提示“可以开始测定了”，此时测量电位应在 1500，电解/测量速率基本保持一致。

6、试剂调试过程中注意事项：

6.1 不可选用超过 100 μ L 的进样器，否则电解池内试剂会因水过量直接失效。

6.2 注入纯水时，一定要缓慢的注入，并时刻观察试剂颜色变化和仪器状态提示。

6.3 在电解池内试剂快达到淡黄色时，可以改用 0.5 μ l 进样器注入蒸馏水。

6.4 非原厂试剂的调试过程中，不可参考上述步骤。


第四章 仪器的操作及功能

一、通用操作说明

1、数字键盘的使用


该仪器设有高灵敏度触摸屏，用户与仪器的交互均通过触摸屏进行。单击屏幕的任何有效按键区域，仪器即自动切换到相应界面以进行相应操作，或弹出相应菜单以进行菜单选择操作，或弹出键盘以进行数据输入操作。

当要进行相应的参数输入时，单击相应参数的显示位置，仪器会自动弹出相应的数字键盘以便进行相应的参数输入。

图示	数字键盘说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1. 数字按键“0-9”及小数点键“.”用直接键入相应的数字； 2. 退格键“←”用于删除输入过程中的错误数字； 3. “取消”键用于取消本次输入操作； 4. “确认”键用于确认本次输入的数据有效。如数据在允许的范围之内，则按确认后新输入数据会自动显示在相应参数的相应位置，如数据无效则不显示，则需重新输入。
数字键盘用于输入各种数值时跳出使用，常规情况下隐藏	


二、仪器主页

在电解池准备正常的情况下，接通电源，打开仪器左侧的电源开关按钮，仪器显示产品型号及名称后自动开机进入测试页面，点击主页进入主页菜单选项。

图示	仪器主页说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1. “测试”：进入样品测定界面 2. “数据”：历史数据查询、打印、删除的功能 3. “方法”：用于完成对浓度计算公式方法的选择及参数设置 4. “设置”：用于完成对测试选项、日期时间、声音及显示设备、语言、通信等相应参数的设置。 5. “帮助”（问号图标）：使用说明及常见故障及注意事项
项点击主页菜单的任意图标进入各个功能界面	

三、测试界面

仪器最主要的测定界面核心功能部分

图示	测试界面说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1. “含水”：显示电解出的水的质量，单位 μg（微克） 2. “浓度”：根据输入的样品参数自动计算水分浓度 3. “延迟时间”：点击开始进样后进样和样品萃取的时间总和 4. “测量电位”：用于判定仪器的终点值，1500 达到终点 5. “电解速率”：显示每秒钟仪器电解多少水分 6. “本底速率”：显示试剂每秒吸收环境中多少重量的水分 7. “主页”：进入仪器主页菜单 8. “选项”：设置样品和测定参数 9. “开始进样”：点击后进入测定状态 10. “储存”：测定结束后手动保存数值



11. “打印”：测定结束后手动打印数值
12. “右上角开关”：打开和关闭电解及搅拌功能
13. “上下动态条”：按“+”加快搅拌速度，按“-”降低搅拌速度，竖着的状态条显示速度快慢。
14. “红色状态栏”：显示当前仪器状态，提示下一步操作
15. “曲线分析”：点击曲线分析进入曲线界面

四、测试选项

在进行试样测试之前，应确保与测试过程相关的选项或参数设置正确。


在主菜单界面内点击“测试选项”按键进入设置测试选项界面，此时，测试选项设置界面显示各工作参数的已设置值。在该界面内，您可对与测试流程相关的各项参数包括测试方法、进样延迟时间，最大电解电流等选项进行设置。如下图所示：

图示	测试选项界面说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1.当前测试方法：用于设置当前所使用的测试方法。该仪器设有五种测试方法，每种方法的具体参数设置均可更改设置。在选择当前测试方法时，应确保选择的测试方法的参数设置正确，可参考“五”测试方法设置。 2.进样延迟时间：用于设定测量过程中从按下“开始进样”键开始到完成进样的延迟时间。实际测量过程中，为保证能正确获得测量结果，必须在按下“开始进样”键后的延迟时间内完成进样。 3.最大电解电流：用于设定测量过程中的最大电解电流值，范围为1—400mA。 4.最长电解时间：可以保护电极因水分过大不被碳化 5.自动打印结果：选择仪器试验完毕后是否自动打印测试结果。 6.自动保存结果：选择仪器试验完毕后是否自动保存测试结果。 7.试样编号：对样品进行编号管理，便于区分 8.实验员号：操作员的编号输入，便于区别操作人员。 9.强制空白扣除：扣除卡氏炉进样瓶中的气体水分值，手动输入
<p>设置完成并确认无误后，必需点击“确定”键，参数才能被保存。也可点击“退出”直接返回至主界面，此时新设置参数将不被保存。</p>	


五、测试方法

在主界面内点击“方法”按键即可进入设置方法菜单。

该仪器一共可设定五种测试方法，每种测试方法均可从八个浓度公式中选择一种作为本方法的浓度公式。选择一种浓度公式，然后输入与本公式相关的参数的具体数值储存即可。

图示	测试方法界面说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1.右侧“方法一”至“方法五”用于储存用户自定义测试方法 2.点击浓度公式下拉框可以分别设置方法一至方法五中的公式 3.按“存储”键即可存储与本方法相关的参数设置 4.按“应用”键即可将本方法作为当前有效的测试方法。 5.点击“浓度单位”可以选择不同的水分含量单位 6.点击“返回”可以快速返回至测定界面

六、数据查询（历史数据）

图示	数据查询界面说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1.列表的形式显示仪器的测定数据：试样编号、水分含量、水分浓度、浓度单位、实验日期 2.单击仪器右侧的选择框可以选中该条测定数据 3.点击“打印”和“删除”按钮分别可以对数据进行打印和删除 4.仪器最多储存 500 条历史数据，超过会自动替换最旧的那条

六、更多设置

图示	更多设置界面说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1.“日期/时间”：单击进入设定日期和时间 2.“声音/显示”：设定触摸声音和显示器亮度 3.“语言”：实时切换中英文，切换中英文后需要重启仪器 4.“通信”：选择通讯波特率和仪器地址 5.“高级设置”：对仪器准确度进行调试 6.“高级调试”：工厂使用的高级调试后台

第五章 样品测定

一、仪器标定

1、仪器的验证

1.1 纯水验证

当仪器达到初始平衡点而且比较稳定时，可用纯水进行标定。标定方式如下：

序号	验证点	操作步骤
1	100 μ g (0.1 μ L)	1.用 0.5 微升微量进样器抽取 0.1 微升的蒸馏水，为进样做好准备。 2.按一下“开始进样”键，滴定开始，并倒计时进样延时时间。 3.在延时结束前把蒸馏水通过进样旋塞注入到阳极室，针尖必须插入到电解液中，并避免与滴定池内壁或电极接触，延时结束后滴定会自动开始。 4.蜂鸣器响，仪器到达终点，其显示结果应为 100 微克 \pm 8 微克水（含进样误差），一般标定 2~3 次,显示数字若在误差范围内就可以进行样品的测定。
2	1000 μ g (1 μ L)	1.用 10 微升微量进样器抽取 1 微升的蒸馏水，为进样做好准备。 2.按一下“开始进样”键，滴定开始，并倒计时进样延时时间。 3.在延时结束前把蒸馏水通过进样旋塞注入到阳极室，针尖必须插入到电解液中，并避免与滴定池内壁或电极接触，延时结束后滴定会自动开始。 4.蜂鸣器响，仪器到达终点，其显示结果应为 1000 微克 \pm 53 微克水（含进样误差），一般标定 2~3 次,显示数字若在误差范围内就可以进行样品的测定。
3	2000 μ g (2 μ L)	1.用 10 微升微量进样器抽取 2 微升的蒸馏水，为进样做好准备。 2.按一下“开始进样”键，滴定开始，并倒计时进样延时时间。 3.在延时结束前把蒸馏水通过进样旋塞注入到阳极室，针尖必须插入到电解液中，并避免与滴定池内壁或电极接触，延时结束后滴定会自动开始。 4.蜂鸣器响，仪器到达终点，其显示结果应为 2000 微克 \pm 103 微克水（含进样误差），一般标定 2~3 次,显示数字若在误差范围内就可以进行样品的测定。

以上测定步骤是我公司参照《JJG044-2008 卡尔费休库仑法微量水分仪鉴定规程》为用户自行验证提供的 3 个参考验收点。用户可自行查看仪器出厂自带的《出厂检定证书》查看工厂验收数值

注意：不可使用自来水进行标定，自来水中的杂质较多；可以使用合格的超纯水、去离子水、蒸馏水进行标定，若实验室没有制水设备，可临时采购娃哈哈、屈臣氏纯净水使用；外购的矿泉水也不能作为纯水标定使用。

1.2 标准样验证

标准样的验证需要使用称重法进行验证，水分的浓度单位选择 ppm，在验证之前确认一下是否正确。

修改测定公式的方式如下：

主页→方法→浓度公式→公式 1（质量浓度）→浓度单位（单击改成 ppm）→试样质量（称重后输入）→应用+储存→返回（可快速返回测定界面）


序号	验证点	建议 取样量	操作步骤
1	1000ppm 标准样	1g	1.使用 1mL 一次性进样器或者干净的玻璃进样器取 1mL 的标准样后放入天平称重去皮 2.按一下“开始进样”键延时开始。 3.在延时结束前把蒸馏水通过进样旋塞注入到阳极室，针尖必须插入到电解液中，并避免与滴定池内壁或电极接触，延时结束后滴定会自动开始。 4.将进样后的进样器放在天平上称重，天平显示的负数重量值即为样品重量，取绝对值后输入仪器（依次点击主页→方法→试样重量）。 5.蜂鸣器响，仪器到达终点，其显示结果应为 1000ppm±53 ppm（含进样误差），一般标定 2~3 次,显示数字若在误差范围内就可以进行样品的测定。
2	10000ppm 标准样	0.2g	1.使用 1mL 一次性进样器或者干净的玻璃进样器取 0.2mL 的标准样后放入天平称重去皮 2.按一下“开始进样”键延时开始。 3.在延时结束前把蒸馏水通过进样旋塞注入到阳极室，针尖必须插入到电解液中，并避免与滴定池内壁或电极接触，延时结束后滴定会自动开始。 4.将进样后的进样器放在天平上称重，天平显示的负数重量值即为样品重量，取绝对值后输入仪器（依次点击主页→方法→试样重量）。 5.蜂鸣器响，仪器到达终点，其显示结果应为 10000ppm±530 ppm（含进样误差），一般标定 2~3 次,显示数字若在误差范围内就可以进行样品的测定。

标准样测定使用的是称重法进行验证，请使用0.1mg精度向上的合格的电子分析天平进行验证，称重误差是标准样验证过程中最大的误差！**建议使用的标准样浓度为 1000ppm (0.1%)。**

2.仪器的校准系数

当发现标定的数值不准确的时候我们应首先排除进样误差、环境干扰、试剂失效等原因。

若排除了进样误差及环境干扰、试剂失效等因素，我们可以充分考虑电极老化和仪器老化的原因，此时我们可以使用校准系数

图示	校准系数说明
	1、依次点击“主页”→“设置”→“高级设置” 2、输入密码“20050105” 3、仪器默认的系数为 1.000 4、假设现在仪器检定结果是 1050μg，我们标准值是 1000μg，我们用 (标准值/检定值) * 仪器显示的系数，例如此时我们用 (1000*1050) * 1≈0.952，将 0.952 输入值修正系数中

以上步骤不建议初级客户使用，校准系数仅限工厂和用户的高级调试工程师使用

严禁因数据需求使用仪器进行作假处理，我司不对不规范操作产生的数据付任何责任

二、样品测定

1、进样量的参考

水分含量	进样量
100%	10mg
50%	10mg-20mg
10%	10mg-100mg
1%	10mg-1g
0.1%	10mg-10g
0.01%	100mg-20g
0.001%	1g-20g
0.0001%	10g-20g

控制屏幕上显示反应的含水重量在 100-300 μ g 之间是比较省试剂，快速准确的测定方

法建议：

1.1 为保证测试数据重现性，仪器初始平衡完成后，应等待 5 分钟以后再进行测试。

1.2 相邻两次样品的测试间隔应大于 2 分钟。

1.3 在未知样品水分的过程中，进样的过程中时刻观察仪器测量电位的显示值，若发现测量电位值突然增加至 3500+ 以上，立即停止进样。此现象为样品水分太大。

1.4 可能影响测定精度的因素有进样量太小、天平误差较大、样品副反应等。

2、液体样品的测定


对于液体样品中水分测定，首先经过充分干燥的将带针头的 1ml 进样器（可根据被测样品的不同选择其它容量的进样器），用被测样品冲洗 4-5 次，然后抽入一定量的样品，为进样做好准备。接着按一下“开始进样”键。然后将样品通过进样旋塞注入到阳极室电解液中，注意针尖不宜插入液面（特别是含水大的样品），但进完样后针尖可瞬间接触液面洗去针尖残留样品，并避免与滴定池内壁或电极接触，注入后等到延时结束电解自动开始，电解到终点，仪器显示测量结果并自动计算水分的浓度值。

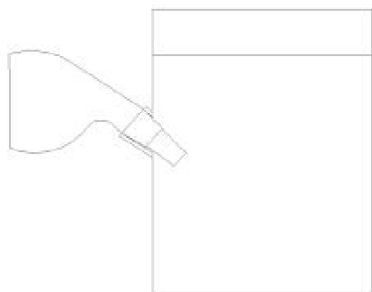
注：对于新手实验员，建议点击开始测定之后，将针尖插入液面下，快速注入样品后，快速拔出针头，也可避免以上所述情况！

3、固体样品的测定

3.1 可溶性固体样品的测定

固体样品可能是粉末、颗粒或团块等形状（大的团块必须捣碎）。下面以在试剂中能溶解的固体样品为例来说明。

图示	校准系数说明
	<ol style="list-style-type: none"> 1. 固体进样器如图所示，用水清洗干净，干燥好，准确地称量。 2. 取下固体进样器盖子，把试样装入，并立即盖好。 3. 把装有样品的固体进样器放入 0.1mg 以上精度的天平后，点击去皮按钮记录“负总重”



- 4.取下电解池进样口旋塞，把进样器按图中所示插入进样口。
- 5.点击仪器的“开始进样”按钮后，将进样器旋转 180 度，使样品落入试剂中。
- 6.取下固体进样器，装回进样口旋塞，将进样器放在天平上称重
- 7.天平显示的负值即为刚才进样固体的质量，求绝对值后输入至仪器对应的参数中（主页→方法→试样质量）。
- 8.仪器反应结束后显示该样品的水分值

注：

部分固体样品比较难溶，为了给样品溶解一定的缓冲时间，我们可以自行观察溶解时间后，在进样延迟处输入一个恰当的进样延迟时间，此操作可以提升溶解慢的样品的准确性。样品加入时不得与电极接触，样品测量过程中不能打开进样口。

3.2 不可溶性固体样品的测定

当试样难溶于试剂中时，必须选择卡氏加热炉连接到仪器中

图示	卡式加热炉使用说明
	<p>卡式炉将样品舟中的样品加热至“100-300℃”，样品中水分被挥发出来，水气被载气（高纯氮气或空气）转移到卡尔费休水分测定仪电解反应杯中，水分迅速被卡尔费休试剂吸收，开始进行水分测定。</p>

关于不溶性样品的详细测定方案，欢迎来电与我公司咨询！

4. 气体样品的测定

图示	校准系数说明
	<p>为了使气体中的水分能被试剂吸收，必须使用一种能控制试样随时可注入电解池的连接器（左图）。在测定气体试样中的水分时，电解池须注入大约 150 毫升的试剂，以保证气体中的水分充分吸收，同时，气体的流速应控制在大约 500 毫升/分钟左右，如果在测定过程中的试剂明显减少，应注入大约 20 毫升的乙二醇补充（也可根据实际被测物加入其它化学试剂）。</p>

您可以根据自身样品工况自己配置流速控制装置，质量检测装置，也可以来电获取 KOLAB 气体检测方案！

注意：

- 4.1 危险气体的检测需充分做好实验人员和环境的防护措施。
- 4.2 气体流量瞬间过大会顶出电解池配件，有破碎摔坏的风险。
- 4.3 气体采样装置与各部件之间的密封性会直接影响测试结果，需要保证密封性。
- 4.4 气体进样流速过大会导致试剂飞溅的情况，影响测试结果。

第六章 注意事项

一、电解液的注意事项

1、在正常的测定过程中，每 100 毫升电解液可与不小于 1 克的水进行反应，若测定时间过长，电解液敏感度下降，应更换新的电解液。

2、阴极室中的电解液，如果在滴定过程中发现释放出强烈的气泡或电解液被污染，成淡红褐色，此时空白电流会增大，测量的再现性会降低，还会使到达终点的时间加长，这种情况应更换电解液。

3. 滴定时间超过半小时，仪器尚不能稳定，此时应旋转搅拌旋钮停止搅拌，观察砂芯下部阳极铂网上是否有明显的棕色碘产生，如果没有或产碘很少，则应更换电解液。

4. 必须小心，不要吸入或用手接触电解液，如与皮肤接触，应用水彻底冲洗干净。由于这种试剂含有毒成分，所以试验室内要通风良好。

二、测定的注意事项

1、把样品注入滴定池时，液体进样器的针尖不宜插入液面（特别是含水量大的样品），但进完样后针尖可瞬间接触液面，洗去针尖残留样品。液体、固体、气体进样时样品不应与滴定池的内壁及电极接触。

2、不建议单次反应水含量超过 100mg，容易碳化电极；为了得到准确的测定结果，要适当地根据样品的含水量来控制样品的进样量；理想的含水量应控制在 100-300 μ g 之间。

3、应及时清除进样塞上硅胶垫内侧针过孔里的残液，防止交叉污染。

三、安全注意事项

1、人身安全及保护措施

确保所使用的电源要有可靠接地线！如未接地，可能导致人身伤亡事故。

请不要在有爆炸危险性的环境内工作！仪器外壳并非完全气闭，存在因火星、气体进入造成爆炸的可能性。使用化学品和溶剂时，请遵照制造商的使用指导和通用实验室安全规范！

所有卡尔·费休试剂都易燃并有毒性。如果皮肤不慎接触了卡尔·费休试剂，请立即用大量的水冲洗。如果眼睛不慎接触了卡尔·费休试剂，请立即用大量的水冲洗并注意咨询医生。

不要打开仪器外壳，请将仪器送至科西指定的维修部门维修。

第七章 维护与保养

一、电解液的维护

把电解液存放于通风良好，环境温度小于 35°C，低温无下限，相对湿度不大于 75% 的地方；0-8°C 冷藏避光保存最佳。

电解液不可放置于完全密闭的空间，狭窄的空间内挥发性物质有闪爆的风险。

二、硅胶垫的更换

样品注入口的硅胶垫，过久的使用，会使穿过硅胶垫的针孔变得无收缩性，使大气中的水分进入滴定池而产生测量误差，这时应更换。

三、硅胶更换

当干燥管里的硅胶由蓝色变至浅蓝色或红色时，应更换新的硅胶。

四、滴定池磨口的保养

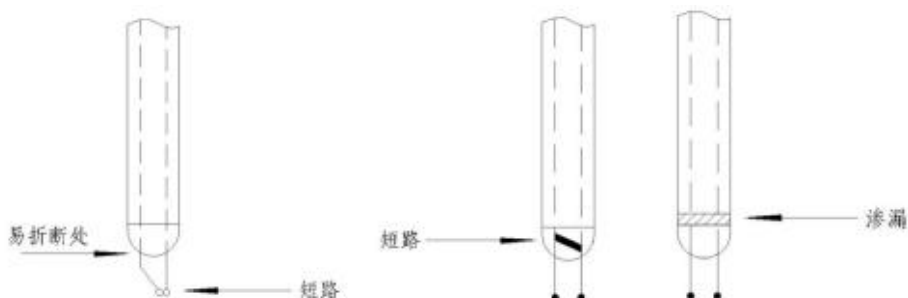
大约一星期内要转动一下滴定池的磨口连接处，在不能轻松转动时，要小心取下，清洗干净磨口和插口，并重新涂上薄薄的一层真空脂，（注意：真空脂不易涂得过多，否则会进入滴定池而造成测量误差）如果不这样及时检查，时间过长，真空硅脂就会变硬，磨口连接的零件就可能粘结而拆卸不下来。因此要经常保养好，使它们便于拆卸清洗。

五、滴定池磨口粘结处理

如果滴定池磨口连接处牢固地粘结在一起，不易拆卸时，按如下程序处理：

- 1、排去滴定池中的电解液，并冲洗干净。
- 2、在磨口结合处周围注入少量的丙酮或无水乙醇，然后用手轻轻地转动磨口处零件，即可拆卸。
- 3、如仍不能拆卸，请将滴定池放入 2 升的烧杯中，慢慢加入浓度为 5% 的氯化钾溶液浸泡，其液面必须十分注意，不要让测量电极、阴极室电极的引线套端头进入液体，浸泡约十几个小时或者 24 小时后，即可拆卸（此方法可重复进行）。
- 4、可尝试物理方法、使用吹风机对粘粘处，加热使其热障冷缩，轻轻尝试可否取下。
- 5、超声波震荡法对粘粘也有效果，可将电解池放入合适尺寸的超声波清洗机，超声波清洗机内部液面不要莫过电解池的电极引线，通过升温震荡的手段，也可取下粘粘处配件。

六、测量电极的保养



- 1、当磁力搅拌器快速转动时，应注意搅拌子可能会跳动而损坏电极。
- 2、当测量电极放入或取出时，应关闭电源，并注意不要使测量电极碰到滴定池的孔壁上。
- 3、测量电极弯曲而没有短路时可以用，也可以进行修复。修复时要用镊子夹住铂金电极的根部，慢慢整理铂金电极顶端。
- 4、当测量电极被污染时，可用丙酮对测量电极进行擦拭，如果铂金丝的污垢仍不能去掉时，请用酒精灯火

焰烧铂丝球端，（请注意将火焰慢慢靠近铂丝球端，避免因急速加热引起电极玻璃部分炸裂）。

七、阴极室保养

1、拆卸阴极室

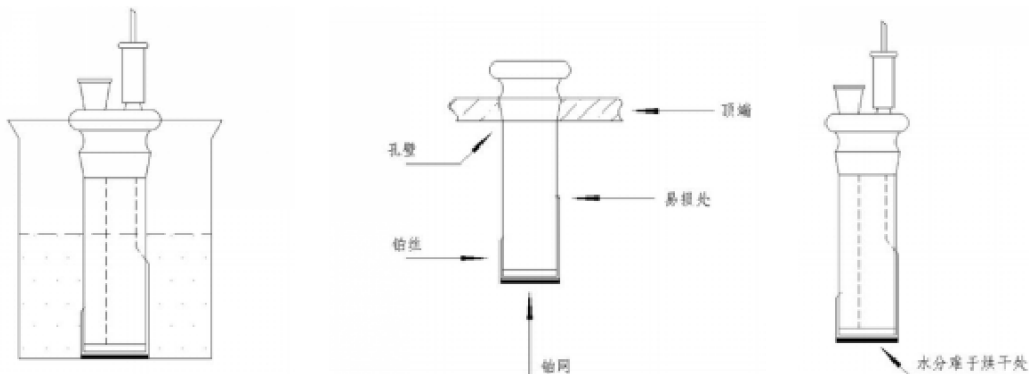
当要拆卸阴极室时，因为铂金丝和铂金网是从阴极室的磨口连接部分的横截面上伸出，所以应注意速度一定要慢，不要碰到滴定池的顶端和孔壁。

2、阴极室的清洗

阴极室受到污染可能会出现下列现象：

- 2.1 降低电解效率，延长测定时间。
- 2.2 由于污染部分粘附吸收水分而使本底速率增加。
- 2.3 滴定速度不稳定，且不能到达终点。

如出现上述情况可用三氯甲烷清洗玻璃件外表及铂网上的污垢（注意不要碰坏铂丝及铂网），把三氯甲烷倒入阴极室，用橡皮塞或类似的东西密封好干燥管的接口，充分摇晃，以除去内部的污垢（可以重复进行）。然后把三氯甲烷倒在玻璃件外表面上冲洗，但不要冲洗到电极引线处。当还不能清洗干净时，请将阴极室浸入到装有稀硫酸的烧杯中（注意不要碰坏铂丝和铂网）。



3、阴极室干燥

用吹风机的热风烘干阴极，砂芯部分为水分难于烘干处，所以要彻底干燥。当有可能存在剩余水分时，把阴极室放入真空干燥器中，55摄氏度干燥4小时左右即可。

八、电极插头、插座保养

测量电极、阴极室电极的插头、插座经常活动，这会使插头的外侧逐渐松动，长时间的使用，在插头和插座上会粘附上污垢，这都会使其接触不良，因此要进行修整清洗。

1、插头松动

拧紧螺母，使得插头固定不动，不可过度拧紧防止塑料螺母断裂

2、清洗插头、插座

用乙醇或丙酮分别擦拭金属部位，擦掉污垢使其接触良好。



第八章 仪器简单故障处理

一、测量、滴定开路

当测量、滴定开路时，状态显示迅速增长到最大后，状态处显示“测量开路”。

- 1、此时应检查测量电极和阴极室的插头与插座是否接触良好。
- 2、检查测量电极引线和阴极室电极引线是否接好或折断。

二、测量短路

当测量短路时，状态处显示电极短路。

- 1、检查测量电极插头或插座是否短路。
- 2、检查测量电极是否短路。
- 3、检查测量电极是否渗漏，致使仪器不能到达终点。如果测量电极渗漏，尽管滴定时间超过半小时，仪器也不能到达终点（此时不属于试剂问题）。
- 4、新注入电解液时，也会出现电极短路，此时可缓慢滴入少量的蒸馏水，直至画面显示正常。

三、电解开路

当电解电极开路时，状态处显示“电解开路”。

- 1、检查电解电极插头和插座是否连接。
- 2、检查电解电极引线和阳极室电极引线是否接好或折断。
- 3、做油含水时若电解池内注入的样品较多而没有及时排出时，油样品会聚集在阴极外层铂网处，导致阴极室与阳极室不相通，导致电解开路，此时应及时将多余的油样品抽出即可。
- 4、其它故障时请参照此仪器随机配带的作业指导书或与本公司联系。

服务条款

微量水分测定仪是科西精密仪器（上海）有限公司的分析仪器产品，科西精密仪器（上海）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，对仪器主机提供一年保修服务，保修期内仪器发生故障，由用户寄回科西精密仪器（上海）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：

由用户寄回科西精密仪器（上海）有限公司公司指定地点进行维修；科西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：

进样针，滴定池，测量电极，电解电极，干燥瓶，试剂瓶，各类瓶盖等；

KOLAB 系列水分测定仪由于设计合理，安装简单，科西精密仪器（上海）有限公司提供免费电话安装指导，及仪器应用咨询服务，仪器上门安装调试按商务合同中约定的事项进行！

科西精密仪器（上海）有限公司

售后服务联系方式：021-63537111

售后服务地址：上海市宝山区沪太路 3100 号 A 幢 325

电话：021-63537111

传真：021-61050178

网址：www.koxi17.com

申明：

以上内容仅供参考，如有误本公司无需通知，请用户主动联系本公司咨询最新信息。

产品保修卡

1. 产品保修卡是保修服务的凭证；
2. 属于下列情况之一者，不在保修范围之内，维修酌情收费：
 - (1) 保修期外；
 - (2) 用户自行对产品的工艺结构、电路进行修改、拆卸；
 - (3) 产品所需的易耗品；
 - (4) 因使用不当或人为因素导致的损坏；
3. 产品保修期限为1年，自出厂日起，保修期内进行免费维修；

产品品名： _____ 规格型号： _____
生产日期： _____ 序列号： _____

科西精密仪器（上海）有限公司 售后服务电话：021-63537111

合格证

产品品名： _____
规格型号： _____
生产日期： _____
检验员： _____
序列号： _____

本产品符合规定准予出厂
科西精密仪器（上海）有限公司

KOLAB

科西精密仪器（上海）有限公司

全国销售热线：021-63537111

办公电话：021-61050178

官方网站：www.koxi17.com

企业邮箱：sales@kolab.cn

企业地址：上海市奉贤区海坤路1号1幢



扫码上官网