

HRYD-301A 型  
微量水分测定仪  
使用说明书

武汉华瑞远大电力设备有限公司

## 一. 概 述

采用卡尔—菲休库伦滴定法,对不同物质进行微量水分的测定,是最可靠的方法.A型微量水分测定仪成功的应用了这一方法,采用了先进的自动控制电路,外型结构新颖,从而使该仪器工作更可靠,使用更方便。其分析速度快、操作简单、精度高、自动性强等特点。广泛应用于石油、化工、电力、铁路、农药、医药、环保等部门。

## 二. 技术参数

滴定方式: 电量滴定(库伦分析)

显 示: 4位LED数字显示

读出单位:  $\mu\text{g}$

电解电流控制: 0~300mA自动控制

测量范围: 10 $\mu\text{g}$ ~30mg

灵 敏 阀: 1 $\mu\text{g}$  H<sub>2</sub>O

精 确 度: 10 $\mu\text{g}$ ~1mg 不大于 5 $\mu\text{g}$

1mg 以上不大于 0.5%

电 源: 220V $\pm$ 10%、50Hz

功 率: < 40W

使用环境温度: 5~40 $^{\circ}\text{C}$

使用环境湿度:  $\leq$  85%

外型尺寸: 320 $\times$ 260 $\times$ 146

重 量: 约 7.5kg

## 三. 工作原理

卡尔菲休试剂同水的反应式为:



所用试剂溶液是由占优势的碘和充有二氧化硫的吡啶、甲醇等混合而成。通过电解在阳极上形成碘，所生成的碘，依据法拉第定律，同电荷量成正比例关系。如下式：



由（1）式可以看出，参加反应的碘的摩尔数等于水的摩尔数。把样品注入电解液中，样品中的水分即参加反应，通过仪器可反映出反应过程中碘的消耗量，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，在数字显示器上直接显示出测定的水分量。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 300mA。在电解过程中，水分逐渐减少，滴定速度随之按比例减小，直到电解终点控制回路开启。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，如从空气中侵入的水分，使滴定池吸潮，而产生空白电流。但是，由于仪器具有寄存空白电流的功能，所以在显示屏上所显示的数字就是被测试样中真正的水含量。

#### 四 . 结构特征

仪器主机：（见图一、 图二）

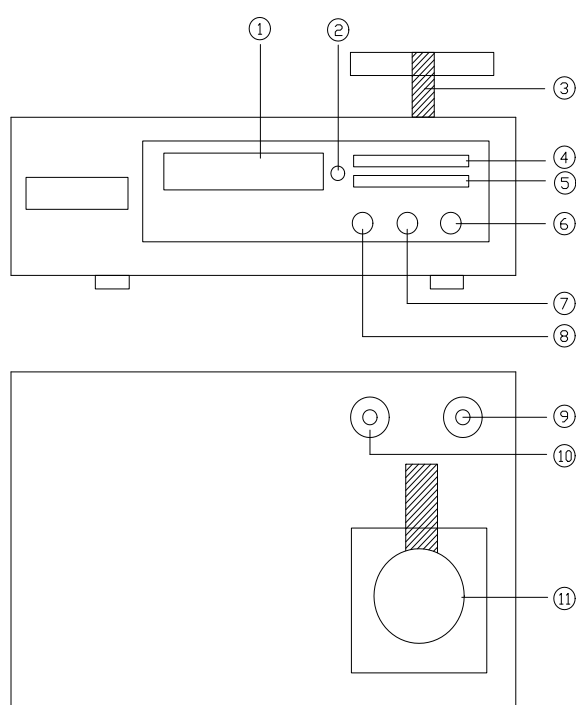


图 一

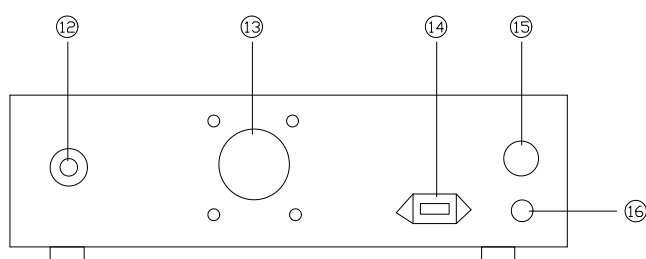


图 二

1. “LED” 数字显示器：显示被测样品中的水分量，单位为 $\mu\text{g}$ 。
2. 电解终点指示灯：当样品中的水分被全部电解后，电解达到终点，此时电解终点指示灯亮，蜂鸣器响。
3. 夹持器：固定滴定池用。
4. 测量状况显示器：指示测量电位高低即水分的多少。
5. 电解状况显示器：指示电解电流的大小，随样品中含水量的变化而变化，当达到电解终点时，所显示的是空白电流值。
6. 搅拌器开关键。
7. 电解电流开关键。
8. 启动键。
9. 测量电极插座，插入滴定池测量电极插头。
10. 电解电极插座，插入滴定池电解电极插头。
11. 磁力搅拌器。
12. 搅拌器搅拌速度调节钮。
13. 轴流风机。
14. 电源插座。
15. 电源开关。
16. 保险丝盒（1A）。

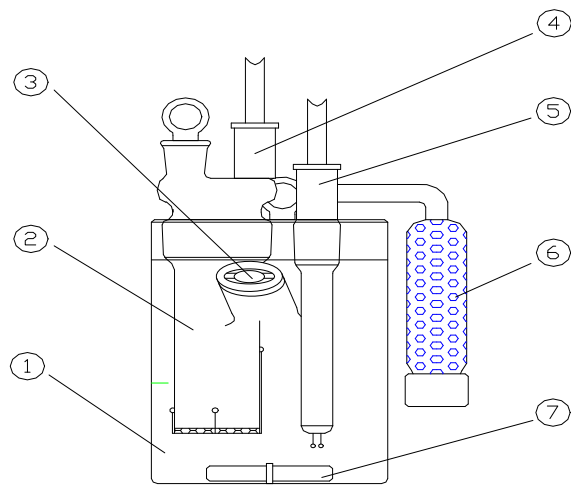


图 三

- (1) 阳极室                      (2) 阴极室                      (3) 进样旋塞                      (4) 电解电极  
 (5) 测量电极                      (6) 干燥管                      (7) 搅拌子

## 五. 使用方法

### 一. 仪器自校

将主机后面板上的电源插座 (14), 插入交流 220V 电源, 电源开关 (15) 按下, 此键指示灯亮, 主机电源接通。然后按下电解开关 (7), 此键指示灯亮, 即可进行下面的自校:

1. 短路电解电极插座 (10) 内外两电极, 主机上的测量、电解状况显示器 (4)、(5) 都应显示最大, 并且 LED 数字显示器 (1) 计数。
2. 短接测量电极插座 (9) 内外两电极, 主机上的测量、电解状况显示器 (4)、(5) 都应显示为零, 并且 LED 数字显示器 (1) 不计数。

3. 按一下主机上的启动键 (8), “LED” 数字显示器 (1) 复零, 约一分钟后蜂鸣器响, 电解终点指示灯 (2) 亮。

符合上述三条, 说明主机工作正常。

### 二. 滴定池的清洗、干燥和装配

1. 使用前, 把滴定池所有的玻璃口打开, 滴定池、干燥管、密封塞、搅拌子

可用水、甲醇或丙酮清洗，阴极室、测量电池用甲醇或丙酮清洗，但不要清洗到电极引线处。（注意，阴极室、测量电极绝对不能用水清洗，否则会造成测量误差。）清洗后，放在大约 60℃ 的烘箱内烘干 4 小时，然后使其自然冷却。

2. 把变色硅胶装入干燥管内（注意不要将粉末装入）；进样旋塞内装入硅橡胶垫，并旋入紧固螺柱；把搅拌子小心放入滴定池；然后分别在阴极室、测量电池、干燥管、进样旋塞、密封塞的磨口处，均匀地涂上薄薄的一层真空脂，除阴极室的干燥管和密封塞不装，其它均装到相应部位上，轻轻转动几下，使其较好地密封。

3 将约 100-120mL 的电解液用经干燥后的漏斗通过密封口注入阴极室，再用漏斗通过阴极室的干燥管插口注入电解液，阴、阳极室的液面要基本水平。完毕后将干燥管、密封塞装好，轻轻转动几下，使其较好地密封（电解液装入工作应在通风橱内进行）。将滴定池放到磁力搅拌器上的夹持器中，再把测量电极插头，阴极室上的电解电极插头分别插入测量（9）、电解（10）插座中。

### 三. 空白电流的清除

按下电源开关（15），此键上的灯亮，电源接通，调整搅拌器搅拌速度调节钮（12），使阳极室的电解液形成漩涡，但不能溅到池壁上，此时测量状况显示器（4），应有指示，按下电解电流开关（7），此键指示灯亮，再按一下启动键（8），电解状况显示器（5）也应有指示，“LED”数字显示器开始计数。否则，说明阳极电解液中含有过量碘，这时，可通过滴定池的样品注入口注入适量的纯水，直到测量电解状况显示器（4）、（5）均有指示，数字显示器（1）计数。随着剩余水分的减少，测量、电解状况显示器逐渐熄灭，滴定到达终点，蜂鸣器响，终点指示灯（2）亮，计数器停止计数（若电解状况显示器（5）还有指示则为空白电流）。如果空白电流大于 4 毫安或电流显示不稳定，则是滴定池壁上附有水分。这时可关闭电解电流开关（7），把滴定池取下，缓慢地使其倾斜旋转，以便使池壁上的水分被吸收，然后按下电解电流开关（7），继续电解。这一步骤可反复进行几次，空白电流一般会降到大约 3mA 以下，即可进行试验。

通过以上操作，如果空白电流仍然不能降低，可能是受到来自大气中的水分侵入所影响，或者是阴极室中的陶瓷滤板吸附水分所致。此时应检查滴定池的磨口结合面密封情况，硅胶是否失效、进样旋塞中的硅橡胶垫的孔是否过大，以及

阴极室的清洗和干燥效果是否良好等。进行相应的处理重复上述操作即可。

#### 四. 空白电流的大小对测量精度的影响

在测量样品中水分的含量时，为了得到高精度的数据，我们希望空白电流越小越好。但是，电解显示仍有两个或三个绿色指示灯常亮并且稳定（即不交替闪亮），此时按一下启动键（8），LED 数字显示器复零，约一分钟后，蜂鸣器响，终点指示灯亮，LED 数字显示器仍为零，此时可进行测定。当对测量精度有特殊要求或被测样品中含水量较少时，应当尽量使电解显示趋于第一个指示灯亮，并且稳定，这样对测定低含量的样品有利。

#### 五. 仪器的标定

当仪器达到初时平衡点而且比较稳定时，可用纯水进行标定（电解开关（7）应按下）。

1. 用 0.5 $\mu$ l 微量注射器抽取 0.1 $\mu$ l 的纯水，为注样做好准备。
2. 按一下启动键（8）。
3. 将 0.1 $\mu$ l 的纯水通过进样旋塞注入到阳极室电解液中，注意应使针尖插入到电解液中，并避免与池壁或电极接触，注入后滴定会自动开始。
4. 蜂鸣器响、终点指示灯亮，说明电解到达终点，其显示结果应为 100 $\pm$ 10ug，一般标定 2~3 次，显示数字在误差范围内就可以进行样品的测定。

## 六. 样品中水分的测定

测定操作前应首先确定以下几点是否正确：

1. 电解开关是否接通。
2. 空白电流是否稳定。
3. 搅拌速度是否合适。

在使用新电解液或在测定过程之间，阳极室的电解液会自然的产生少量的碘，才能进行测定操作。

#### 一. 液体样品中的水分的测定

1. 首先将带针头的 1ml 进样器（可根据被测样品的不同，选择其它容量的注射器），用被测样品冲洗 2~3 次，然后抽取一定量的样品，为注样做好准备。
2. 按一下启动键，LED 数字显示器复零。
3. 把样品通过进样旋塞注入到阳极室电解液中，注意应使针尖插入到电解液

中，并避免与池壁或电极接触，注入后滴定会自动开始，测定达到终点，蜂鸣器响，终点指示灯亮，LED 数字显示器显示的数字即是样品的含水量，单位为 ug。

注 1:在测定过程中，由于操作的错误，偶然按动电解开关，将导致测定被迫停止，则不能得到正确的数据。出现这种情况要等到终点指示灯亮，空白电流稳定后再重新进行测定。

注 2: 由于进样过少或注空（即注射器内无样品，在一分钟内测定不出水分来，但蜂鸣器仍响，终点指示灯仍亮。

4. 样品中水分含量有以下关系式计算：

含水量 PPM=所测结果（ $\mu\text{g}$ ）/样品质量（g）=所测结果（ $\mu\text{g}$ ）/样品比重\*样品体积（ml）

## 二. 固体样品中的水分测定

固体样品中的形状可以是粉末，颗粒、块状（大块状应破碎），当样品难以溶于电解液时，必须选择一个合适的水蒸发器连接到滴定池的进样口中，并根据样品的种类选择合适接头和取样方法。

1. 固体进样器如图（四）所示，用水清洗干净，干燥好，准确地称重。

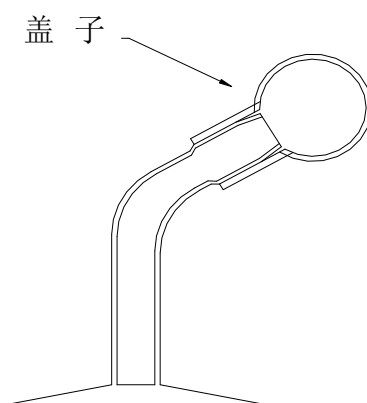


图 四

2. 取下固体进样器盖子，把样品装入，并立即盖好。

3. 把装有样品的固体进样器称重，该重量与固体进样器重量之差，就是样品的重量。

4. 按一下启动键，LED 数字显示器复零。



5. 取下滴定池的进样旋塞和进样器盖子，把样品按图（五）实线所示插入样品注入口。此时 LED 数字显示器开始计数，这说明在插入过程中大气中的水分已侵入阳极室内，此时要待测定到达终点，目的是使侵入到阳极室内的水分充分被电解液吸收。

6. 按一下启动键，LED 数字显示器复零。将进样器旋转 180 度，如图（五）虚线所示，使样品全部落入电解液中（样品落入电解液时，注意不得使样品与池壁及电极接触），一直到测定终点，方可拿下固体进样器，并装入进样旋塞。

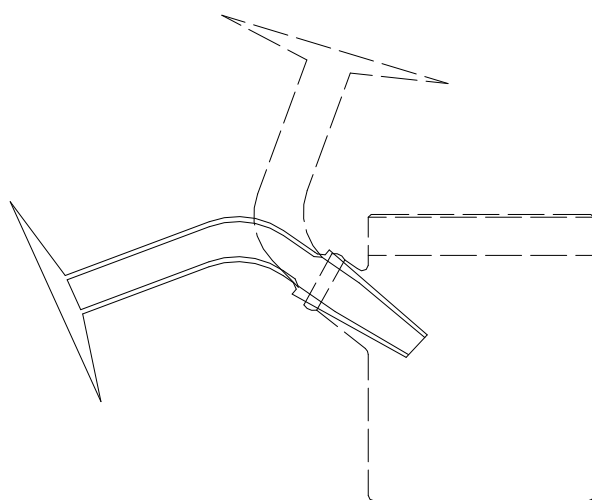
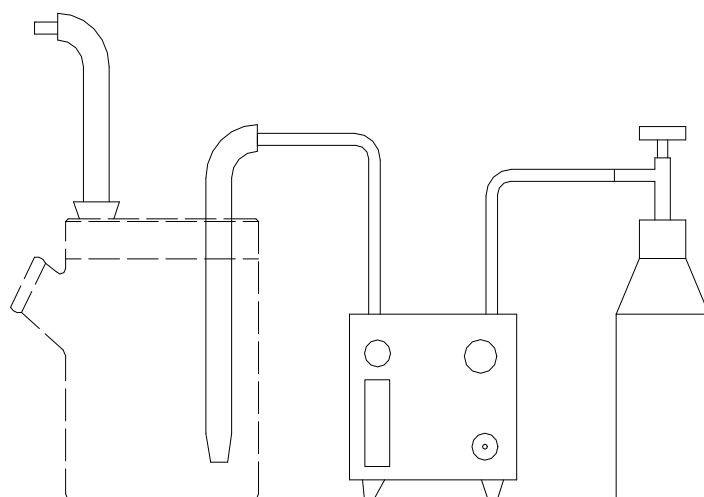


图 五

7. 固体与液体中含水量的测定操作方法相同。

#### 四. 气体样品中的水分测定

与我厂生产的气体进样器连接，可对气体样品中的水分进行测定，连接示意图如图（六）所示，气体进样器的使用方法详见其使用说明书。



## 图 六

在测定气体样品中的水分时，阳极室须注入大约 150ml 的电解液，以保证气体中的水分被充分吸收，同时气体的流量应控制在 100ml/min，并保持稳定。如果在测定过程中阳极室中的电解液明显减少，应注入大约 20ml 的乙二醇补充。

## 七. 注意事项

### 一. 电解液的注意事项

1. 在正常的测定过程中，每 100ml 电解液可与不小于 1g 的水进行反应，若测定时间过长，电解液的敏感性下降，应更换电解液。

2. 阴极室中的电解液，如果在测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，测量的再现性要降低，还会使到达终点的时间加长，这时应尽快更换电解液。

3. 滴定时间超过半小时，仪器尚不能稳定，此时停止搅拌，观察陶瓷滤板下部阳极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。由于电解液的气味大，并含有一定的有毒成分，所以实验室内要通风良好。

### 二. 测定的注意事项

1. 把样品注入滴定池时，液体进样器的针头要插入到电解液中，液体固体气体进样器及样品不应与滴定池的内壁及电极接触。

2. 该仪器的典型测定范围是  $10\mu\text{g}\sim 10\text{mg}$ ，为了得到准确的测定结果，要适当的根据样品的含水量来控制样品的进样量。

进样量请参考下表：

水 分 含 量	样 品 量
100%	大约 10mg
50%	20~10mg
10%	100~10mg
1%	1g~10mg
0.1%	10g~10mg
0.01%	20g~100mg
0.001%	20g~1g

0.0001%	20g~10g
---------	---------

## 八. 维护与保养

### 一. 仪器的安装场所

1. 仪器不得安装在有腐蚀性气体的室内,其腐蚀性气体可使仪器的电路部分腐蚀,缩短仪器的寿命。
2. 仪器不得安装在室温低于 5℃或高于 40℃的地方。
3. 仪器不得安装在阳光直接照射的地方。
4. 仪器不得安装在操作频繁的电气设备附近。
5. 仪器不得安装在湿度大的地方或自来水排出管的附近。
6. 仪器不得安装在超出规定电源波动的地方。
7. 为了使仪器更可靠地工作,建议使用电子交流稳压器。

### 二. 电解液的维护

1. 把电解液存放于干燥器皿中或通风良好、环境温度 5~25℃、相对湿度不大于 75%的地方,如果电解液在直接的阳光暴晒或置于高温下,则二氧化硫和碘就会从砒啶中释放出来而失效。

2. 对电解液的毒性,气味和易燃性必须十分小心,应在通风橱内接触电解液。

### 三. 硅胶垫的更换

进样旋塞中硅胶垫,过久的使用针孔变得过大,并无收缩性,使大气中的水分侵入滴定池而产生测量误差,应及时的更换。

### 四. 硅胶更换

1. 当干燥管中的硅胶由蓝色变为浅蓝色时,应及时的更换。

- (1) 电解液从阴极室全部排出,阴极室无电解液而使电解电流终止。
- (2) 阳极室电解液侵入阴极室,阴极室的液面会逐渐升高,使碘离子聚集并沉积在陶瓷滤板上,而降低电解效率。

### 五. 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,应重新涂上薄薄的一层真空脂,(注意,真空脂不宜涂得过多,否则使其进入滴定池而造成测量误差),如果不这样检查,真空脂就会变硬,磨口连接的零件就可能拆不下来,因此要经常保养好。

## 六. 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，请按下程序拆卸：

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，然后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，其液面位置见图七，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，浸泡约十几小时或 24 小时后，即可拆卸（此方法可重复进行）。

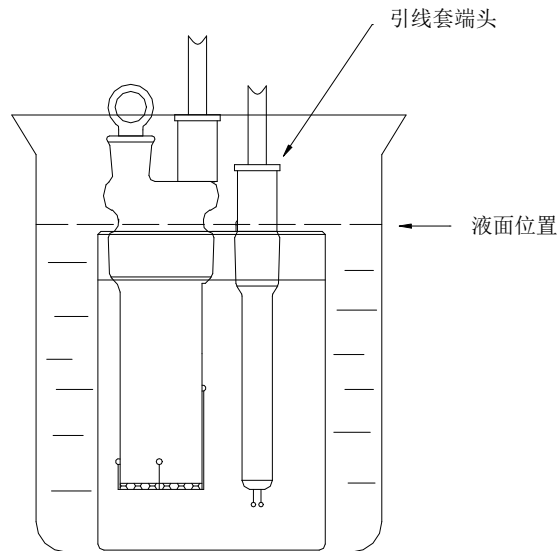


图 七

## 七. 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，应停止搅拌，并注意不要使其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，慢慢修整电极的顶端。
4. 当测量电极被污染时，可用丙酮对其进行擦拭，如果铂金丝的污染仍不能去掉时，可用酒精灯烧铂金丝球端（请注意，将火焰慢慢靠近铂金丝球端，避免

因急速加热，而引起电极玻璃部分炸裂）。

## 八. 阴极室的保养

1. 当要拆卸阴极室时，因为铂金丝和铂金网是从阴极室磨口连接部分的横截面上伸出，所以应注意不要碰到滴定池的顶端和孔壁。

### 2. 阴极室的清洗

阴极室受污染可能出现下列情况：

- (1) 降低电解效率，延长测定时间。
- (2) 空白电流增加，滴定速度不稳定，且不能到达终点。
- (3) 陶瓷滤板易吸收水分，使空白电流增加，长时间不能到达终点。

如出现上述情况可用丙酮清洗玻璃件及铂金网上的污垢（注意不要碰坏铂金丝及铂金网），把丙酮装入阴极室，用橡皮塞或类似的东西密封好干燥管的插口，充分摇晃，以除去内部的污垢。当还不干净时，可将阴极室侵入到装有稀硫酸的烧杯中浸泡。注意，不要清洗或浸泡到电极引线处。

### 3. 阴极室干燥

由于阴极室中的陶瓷滤板较难烘干，可将阴极室放入约 60 的烘箱内烘干 4 小时，然后使其自然冷却。

## 九. 电极插头、插座的保养

测量电极、阴极室电极的插头、插座因经常活动，会使插头、插座的外侧逐渐松动，由于长时间的使用，在插头和插座及插座的插孔中会粘附上污垢，使其接触不良，因此要进行清洗修整。

### 1. 插头松动

当插头和插座连接松动时，可将插头的外金属片用钳子均匀的向内侧压。

### 2. 清洗插头、插座

用乙醇或丙酮分别擦拭金属部位的污垢，使其接触良好。

## 九. 仪器故障

### 一. 测量开路

当测量开路时，测量状况显示器电解状况显示器将显示最大，LED 数字显示器计数使阳极室电解液产生过量碘，此时应检查下列情况：

1. 测量插头、插座是否接触良好。

2. 测量电极引线是否开路，插头焊接是否良好。

## 二. 电解开路

当电解开路时，测量状况显示器有指示，电解状况显示器只亮两个绿灯，“LED”

数字显示器不计数，此时应检查下列情况：

1. 电解插头、插座是否接触良好。
2. 阴极室上的电解引线是否开路，插头焊接是否良好（当重新焊接插头时，应注意阴、阳极性不得焊错）。
3. 阴、阳电极铂金丝的焊接点是否开路。

## 三. 测量短路

当测量短路时，测量、电解状况显示器均无指示，LED 数字显示器不计数，此时应检查下列情况：

1. 测量插头或插座是否短路。
2. 测量电极两球端或内部是否短路。
3. 测量电极是否渗漏，渗漏时仪器滴定时间尽管超过半个小时以上，也不能到达终点（此时不属于电解液问题，应更换测量电极）。

四. 仪器出现其它故障时请与厂方联系。

# 装 箱 单

1、主机	1 台
2、滴定池（电解池 1 个+电解电极 1 支+测量电极 1 支+干燥管 1 支 +磨塞 2 个 +搅拌子 1 个+进样磨塞 1 个 +变色硅胶 1 袋）	1 套
3、电源线	1 根
4、0.5 $\mu$ l 微量进样器	1 支
5、50 $\mu$ l 微量进样器	1 支
6、1ml 进样器	1 支
7、封闭针头（9#）	1 支
8、硅胶垫	10 个
9、真空脂	1 支
10、卡尔费休试剂（电解液）	1 瓶
11、使用说明书	1 份
12、合格证	1 个
13、夹子	1 套