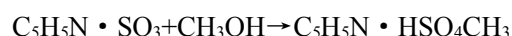
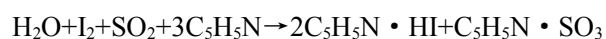


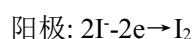
831 库仑水分测试仪

一、基本原理

卡氏库仑法测定水分是一种电化学方法。其原理是仪器的电解池中的卡氏试剂达到平衡时注入含水的样品，水参与碘、二氧化硫的氧化还原反应，在吡啶和甲醇存在的情况下，生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸吡啶，消耗了的碘在阳极电解产生，从而使氧化还原反应不断进行，直至水分全部耗尽为止，依据法拉第电解定律，电解产生碘是同电解时耗用的电量成正比例关系的，其反应如下：



在电解过程中,电极反应如下:





从以上反应中可以看出，即 1 摩尔的碘氧化 1 摩尔的二氧化硫，需要 1 摩尔的水。所以是 1 摩尔碘与 1 摩尔水的当量反应，即电解碘的电量相当于电解水的电量，电解 1 摩尔碘需要 2×96493 库仑电量，电解 1 毫摩尔水需要电量为 96493 毫库仑电量。

样品中水分含量按（1）式计算：

式中：W---样品中的水分含量， μg ；Q---电解电量，mC；18---水的分子量。



二、操作规程

- 1)、打开电源开关 ，搅拌开关 ，搅拌器开关<on>，转速控制在 3~4
屏幕显示：

```
KFC      *****  ↵
```

- 2)、按<START>键，屏幕显示：

```
KFC          wait↵
Drift  ↓      ug/min  ↵
```

“COND” 指示灯闪烁

- 3)、当屏幕显示：

```
KFC          ready↵
Drift  <=>   a ug/min  (a<20)  ↵
```

“COND” 指示灯常亮

按< START >键，注入样品，输入样品量，按<ENTER>确认

- 4)、滴定结束，显示结果

5)、若需继续测样品，重复步骤 3

三、注意事项

1、测量范围：样品含水量 0.01 %~0.1 % (样品中水含量 $>50 \mu\text{g}$)；

2、烧杯中：阳极液 (~100 ml)，再生电极中：阴极液 (略低于阳极液面 1~2 mm)；

常用电解液货号：阳极液：34821；阴极液：34820；通用液：34726

3、平行实验，初始值 (步骤 3 中所显示的 a 值) 最好相同。

四、日常维护

仪器各部分的日常维护操作

五、异常情况应对

列出可能出现的异常现象和原因，并说明应对措施

六、仪器故障实例

列出曾经发生故障的实例，指出操作失误、

七、维修维护

仪器出现的问题及维修操作，如修理、更换配件

八、联系方式

黄晓彬 13385928192

九、附录

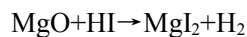
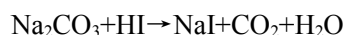
卡氏库仑法仪器的应用范围

卡氏库仑法仪器可适用多种有机和无机物中的水分测定，但由于各种化合物性质存在的差异，只有在卡氏试剂中无副反应无干扰的情况下，卡氏库仑法测定才是一种专属性的方法。

原则是 (1) 副反应不能有水生成。(2) 样品也不能消耗碘或释放碘。主要具有副反应和干

扰的物质有如下八类。

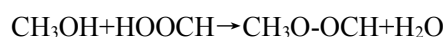
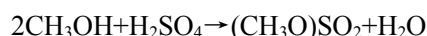
1. 盐、氢氧化物和氧化物。例如：



还有一些物质亦会发生副反应，例如： Ag_2O 、 HgO 、 MnO_2 、 PbO 、 PbO_2 和 ZnO

2. 酮和醛 这两类化合物会和卡氏试剂中的甲醇化合，形成缩酮和缩醛，并释放水分。此类物质用卡氏库仑法一般不易测定。但卡氏容量法可以测。改变卡氏试剂的组成，如用乙二醇一甲醚或 2-甲氧基乙醇取代甲醇均可取得良好的测定效果。值得说明的是，并不是所有的酮类和醛类都不能用卡氏库仑法进行测定。如甲醛、三氯乙醛、二异丙基酮、苯乙酮、二苯乙醇酮等物质在进入卡氏试剂中是不会反应而释放水分的。鉴于卡氏容量法的测定精度可达到 10^{-4} 级，从生产酮类和醛类的企业来说，只要满足使用要求，还是建议采用卡氏容量法。

3. 强酸 强酸会和卡氏试剂中的甲醇发生反应而释放水分



4. 硅烷醇/硅氧烷 末端硅烷醇基团和卡氏试剂中的甲醇发生脂化反应生成水。

5. 含硼化合物 硼酸和甲醇发生脂化反应生成水。

6. 金属过氧化物 与卡氏试剂反应生成水。

7. 消耗碘的物质 此类物质会和卡氏试剂中的碘反应，导致测定水分含量偏高，如铁盐、酮盐、亚硝酸盐、硫代硫酸盐等。

8. 强氧化剂 该类物质在卡氏试剂中的反应会生成碘单质，导致测试水分含量偏低。

在工业产品中，如上所列八类只是品种繁多的物质中的一小部分，而绝大部分是可以采用卡氏库仑法测定的。比较典型的有以下物质。

1. 碳氢化合物 戊烷、己烷、二甲基丁烷、甲基丁二烯、苯、甲苯、二甲苯、乙基甲苯、二甲苯苯乙烯、辛烷、十二烷、十四烯、二十碳烷、二十八烷、石油醚、汽油、环己胺、甲基环己胺、环庚烷、乙烯环己胺、环十二烷、癸基环己烷、二环戊二烯、二甲基萘、三甲基苯乙烯、联苯、二氢萘、苈、亚甲基菲、异甲基异丙基苯等等。

2. 油类 水压油、绝缘油、变压器油、透平油

3. 醇类（全部）

4. 卤代烃类（全部）

5. 酚类 苯酚、甲酚、氟苯酚、氯酚、二氯苯酚、硝基酚等

6. 脂类（全部）

7. 醚类 二乙醚、二甘醇单甲醚、二甘醇二乙醚、聚乙二醚、苯甲醚、氟苯甲醚、碘苯甲醚、二癸醚、二庚醚

以上所列的无副反应无干扰的物质也仅是常见的一些物质，尚有许多品种可用卡氏库仑法来测定，在此就不一一列举了。