

# CSY-K2 型微量水分测定仪 使用说明书

深圳市芬析仪器制造有限公司

**尊敬的用户：**

感谢您选用了 CSY-K2 型微量水分测定仪。

我们希望本仪器能使您的工作更加轻松愉快，使您在试验分析工作中得到办公自动化的感觉。

在使用本仪器之前，请阅读本说明书，并按说明对仪器进行操作和维护，以便延长其使用寿命。

当您使用本仪器感到满意时，请告诉您的朋友；当您使用本仪器感到不满意时，请拨打 4008 086 396 告诉时刻为您服务的一一深圳市芬析仪器制造有限公司，本厂一定会使您满意。

.....

- ◎ 本厂拥有对本使用说明书的最终解释权。
- ◎ 本厂保留修改技术规则而不事先通知的权利。
- ◎ 本厂保留修改本使用说明书的权利，恕不另行通知。
- ◎ 未经本企业的事先书面许可，此说明书之部分或全部均不准复印、翻印或译成它种语言。

# 目 录

第一章	仪器简介	第 4 页
第二章	技术指标	第 5 页
第三章	主机结构与装配	第 6 页
第四章	电解池的结构与装配	第 7 页
第五章	工作原理	第 9 页
第六章	电解液的加入	第 10 页
第七章	电解液的调试	第 11 页
第八章	仪器的标定与操作	第 11 页
第九章	样品的测量	第 13 页
第十章	维护与保养	第 16 页
第十一章	故障分析处理	第 18 页
第十二章	注意事项	第 18 页

尊敬的用户：感谢使用深圳市芬析仪器制造有限公司的产品！

# 第一章 仪器简介

CSY-K2 型微量水分测定仪采用卡尔—费休库仑法原理，具有测量精度高、重复性好、测试成本低等优点，被广泛应用于石油、化工、医药、电力、科研和教育等部门，可用于准确测量各种液体、固体和气体中的微量水分。

## 主要功能特点：

采用了先进的自动控制电路，具有外形结构新颖、分析速度快、使用范围广、稳定可靠、操作简单等优点；是工程技术专家得心应手的分析仪器。

- 简捷的操作

六位 LED 高亮数码管显示，只需轻轻一按，试验会自动完成。

- 终点显示

终点灯提示和蜂鸣报警

- 电解过程显示

设计有电解、测量指示灯，全程显示样品测定状态

- 空白电流自动扣除功能

具有自动测量空白电流和空白电流自动扣除功能

- 故障自检功能

仪器配有故障自动检测键，可随时鉴定仪器是否正常。

## 第二章 技术指标

1. 显示方式：六位数码管显示
2. 测量方法：卡尔—费休库仑法
3. 读出单位：ug 水
4. 测量范围：3 微克水~100 毫克水
5. 分辨率：0.1 微克水
6. 准确度：对于  $10\ \mu\text{g}$ -1mg 为  $\pm 3\ \mu\text{g}$ ，  
对于 1mg 以上水不超过  $\pm 0.5\%$ （不含进样误差）
7. 电解速度：最大 0.6 毫克水/分
8. 电解电流：0~300 毫安
9. 使用环境温度：5~35℃
10. 使用环境湿度： $\leq 85\%$
11. 电 源：AC 220V  $\pm 10\%$
12. 外形尺寸：主机 320×260×146mm
13. 重 量：约 7.5kg

### 第三章 主机的结构与功能

#### 一、主机（见下图）

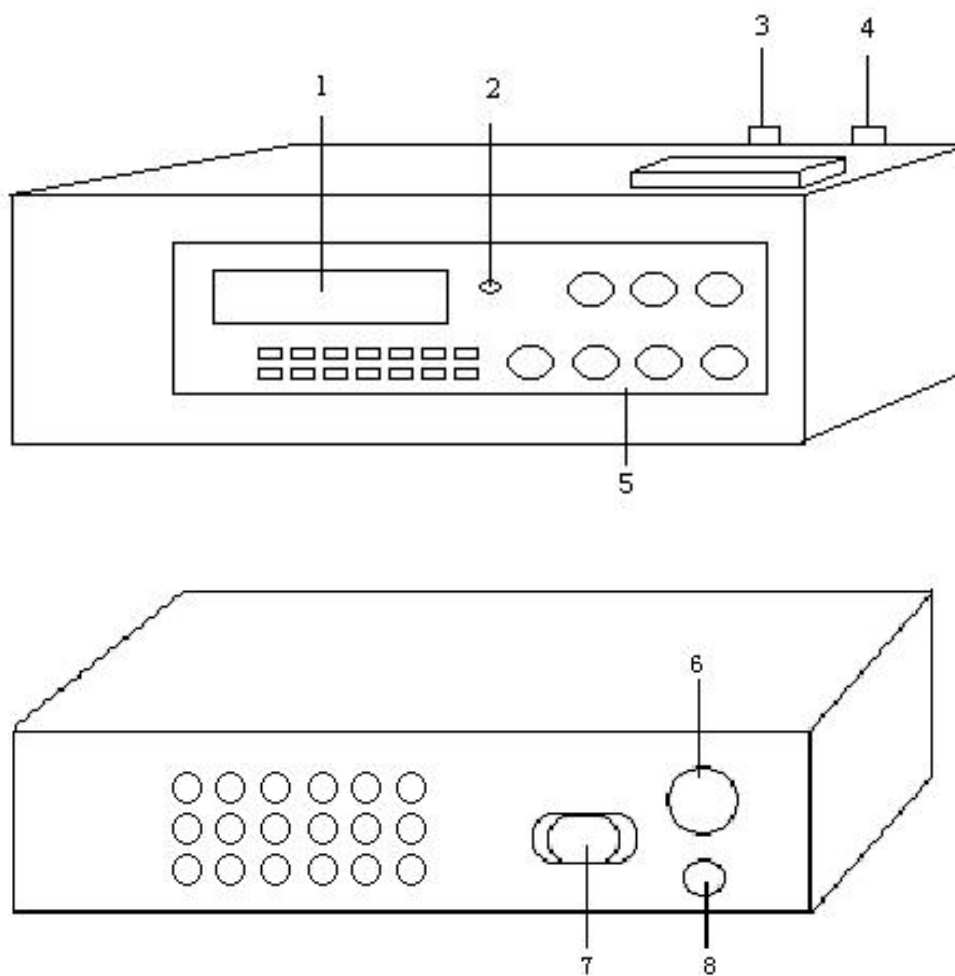


图 1

- |            |                            |
|------------|----------------------------|
| (1) 显示器    | (显示样品水含量，单位为微克)            |
| (2) 终点指示灯  | (当样品水分被全部测定完成后，指示灯亮，蜂鸣器报警) |
| (3) 电解电极插座 | (电解电极导线插头插座)               |

- (4) 测量电极插座 (测量电极导线插头插座)
- (5) 功能键
- 启动键 (操作时, 有清零、开始电解的作用)
- 电解键 (仪器工作时, 必须常开)
- 搅拌键 (仪器工作时, 必须常开)
- 自检1  自检2 键 (仪器故障自动检测)
- 测量指示灯 (指示测量电位高低及水分的多少)
- 电解指示灯 (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) 电源开关      (7) 保险盒      (8) 电源插座

## 第四章 电解池的结构与装配

### 一、电解池的结构

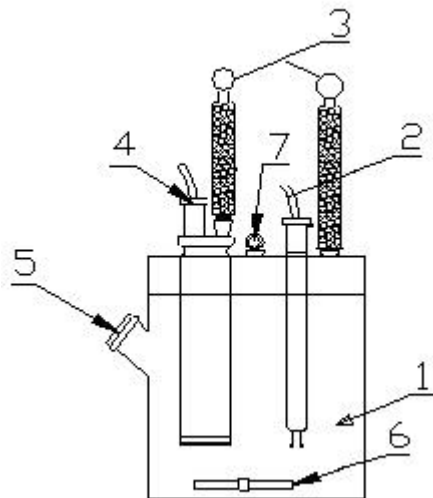


图 2

- |                |              |
|----------------|--------------|
| (1) 电解池瓶 (阳极室) | (5) 进样口 (旋塞) |
| (2) 测量电极       | (6) 磁力搅拌棒    |
| (3) 干燥管        | (7) 电解池密封塞   |
| (4) 电解电极 (阴极室) |              |

## 二、电解池系统的装配

通过第五章说明方法，将卡尔费休试剂分别注入电解池与电解电极内；按电解池系统(图 2)，将各池瓶部件装配起来。

## 三、电解池系统的清洗和干燥

电解池内电解电极里面的上下铂金网，在被污染的情况下要及时清洗：(一般情况下不需要清洗)

1. 把电解池瓶所有的玻璃口打开，电解池瓶、干燥管、密封塞可用水清洗。清洗后，放在大约 50°C 的烘箱内五小时左右烘干，然后自然冷却。

2. 电解电极不能用水清洗，可用无水甲醇清洗，清洗后必须放在 50°C 的烘箱内烘五个小时左右。

**注意:**不要清洗到电极引线处 (见图 3)，否则在测定样品过程中会造成测量误差。

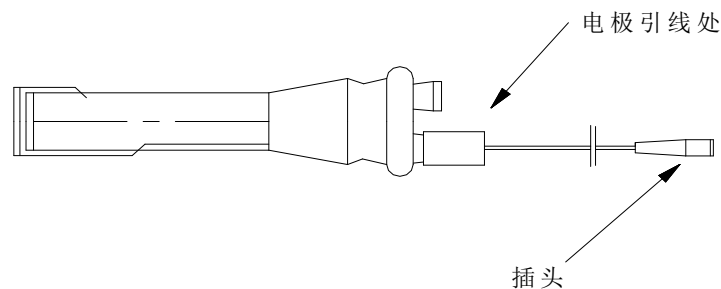


图 3



2. 将蓝色硅胶粒装入干燥管内(图 2 中 3), 然后分别装入池瓶上。
3. 将乳白色硅胶垫装入旋塞, 用紧固螺柱旋入。(见图 4)
4. 在进样口内的硅胶垫密封效果不好的情况下, 按下图可更换硅胶垫。

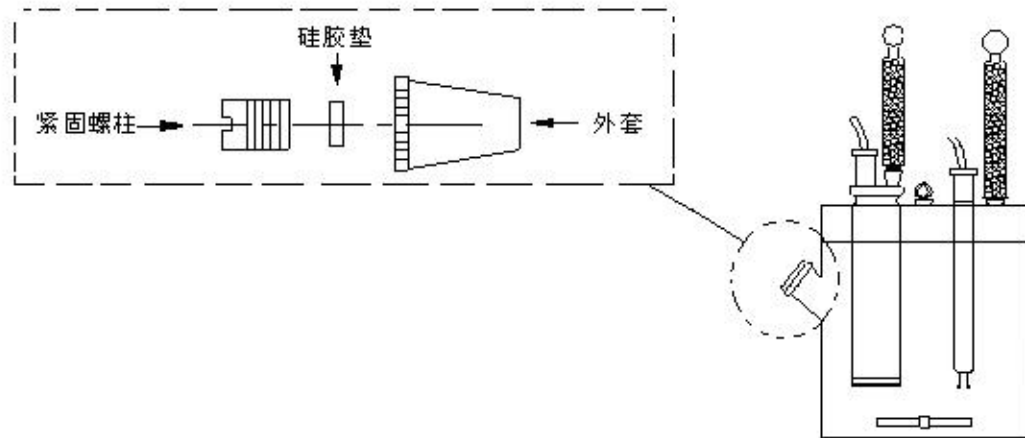


图 4

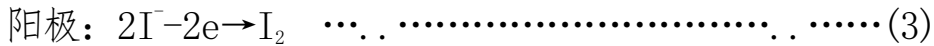
完成上述过程后, 把搅拌棒通过进样口小心放入, 再分别在测量电极、电解电极、干燥管、进样口旋塞磨口处均匀地涂上一层真空油脂; 均安装在相应部位上。轻轻转动一下, 使其较好地密封。

## 第五章 工作原理

本仪器采用的测量原理为卡尔—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:



在电解过程中，电极反应如下：



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，碘又与水反应生成氢碘酸，直至水全部反应完毕为止。反应终点用一铂电极来检测指示。

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

Q——电解电量，单位：毫库仑

经仪器计算，在显示屏上直接显示被测试样中水分的含量。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含量的大小进行，最大可达到 300 毫安。

## 第六章 电解液的加入

### 一、电解液的加入（参看附件二第三、四章图示）

1. 将约 100~120 毫升的试剂用漏斗，通过电解池密封口注入，再用漏斗通过电解电极密封口注入。使电解电极内试剂与电解池内试剂液面高度要基本一致。
2. 将电解池密封塞和电解电极密封塞均匀涂上一层真空油脂，并安装在相应位置，轻轻转动一下，使其较好的密封。
3. 将电解池放入仪器夹池器内。把带有航空插头的电解电极连接线、

测量电极连接线分别插入电解电极接口和测量电极接口；插头的凹口对准插座的凸头插入，连接会自动锁定。

**注意：**1. 当阴极室（电解电极）加入电解液后，要轻轻摇晃阴极室（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，就是阴极室（电解电极）干燥效果不好，请重新干燥后，再加入试剂。

2. 漏斗使用前，必须洁净干燥。

3. 试剂装入工作应在通风橱内进行。

## 二、如何判断电解液失效

电解液的失效：下面叁种条件具其二则可能失效。

1、电解液使用一个月以上；

2、电解液颜色变深，同时数码管显示器（1）缓慢的、有规律的电解记数；

3、电解过程很难达到终点（试剂呈深色，并反复均匀摇动电解池多次之后）；

# 第七章 电解液的调试

电解液保存颜色为棕褐色，正常使用中的颜色为淡黄色。所以，电解液在加入池瓶后，需注进不定量的蒸馏水，把电解液调试到淡黄色，使其达到可测定样品的平衡状态。（在更换试剂后，只需调试一次）

## 一、调试步骤

1、 将电解池瓶装配好后，分别将电解、测量导线插头插入仪器

的电解(3)、测量(4)插座。

**注 意：**测量导线和电解导线不能插反。

- 2、 打开电源开关，数码管显示器(1)显示。
- 3、 打开“搅拌键”与“电解键”，磁力搅拌棒开始搅拌。此两键必须开机后确定打开，方能进行操作。
- 4、 用50微升进样器反复抽取10微升的蒸馏水，通过进样口缓慢的注入到试剂里。
- 5、 反复注入蒸馏水，直到变成淡黄色(随着蒸馏水的不断注入，电解液颜色会逐渐变为淡黄色)。
- 6、 观察数码管显示器是否开始电解记数，电解、测量指示灯是否逐个亮起。如果有上面两个现象，说明注入的蒸馏水过多，必须停止注水；等待仪器自动电解注入多余的水分，直至蜂鸣器报警和终点指示灯亮，调试完成。

## 二、注意事项

- 1、 注入蒸馏水时，一定要缓慢的注入。
- 2、 在电解液快达到淡黄色时，尽量改用0.5微升进样器注蒸馏水。

# 第八章 仪器的标定与操作

## 一、按键操作

首先按“搅拌键”，使搅拌棒在滴定池内搅拌，再按“电解键”，此两键必须开机后确定打开，方能进行操作。如显示器显示电解记数，请等待仪器达到平衡点后(终点灯由绿色变为红色时、蜂鸣器报警三次，说明池瓶内的水分被电解没了)，再进行操作。

## 二、试剂的标定

仪器开启后，试剂是否能正常测定样品，可以进行标定来判断。

在仪器达到平衡点而且比较稳定时，标定方式如下：

1. 用 0.5 微升进样器抽取 0.1 微升的蒸馏水。

2. 按下“启动键”，将进样器针尖插入到电解液内，快速注入到电解液里，

针尖要避免与电解池内壁或电极接触，旋转针尖，快速拔出进样器，仪器自动工作。

3. 蜂鸣器报警、终点灯由绿色变为红色，仪器达到终点，其结果应为 100 微克 $\pm$ 10 微克（含进样误差）。才可进行样品测定。

注：如果仪器显示未达到 100 $\pm$ 10 微克，有以下原因：

1、吸管内壁未充分润湿，没有吸入足够的蒸馏水，反复抽洗 0.5 微升进样器。

2、蒸馏水内有杂物，堵塞了进样器针头，更换新的蒸馏水。

## 五、仪器的自检

仪器是否正常，可用手动自检来检测，方法如下：

### （一）电解自检键的使用

1. 拿下电解池瓶，打开电源开关，按开电解键。

2. 按下“自检 2 键”，指示红灯变为绿色。

3. LED 数码管显示器开始快速电解记数，同时电解和测量指示绿灯亮。

### （二）测量自检键的使用

1. 按下“自检 1 键”，指示红灯变为绿色。

2. LED 数码管显示器不电解记数，同时电解和测量指示灯全灭。

如符合以上现象，说明仪器与试剂正常。

## 第九章 样品的测量

为了得到准确的测量结果，要根据试样的含水量来选择合适的进样量。进样量请参考下表：

水分含量	进样量
100%	大约 10 毫克
50%	大约 20 毫克~10 毫克
10%	大约 100 毫克~10 毫克
1%	大约 1 克~10 毫克
0.1%	大约 10 克~10 毫克
0.01%	大约 20 克~100 毫克
0.001%	大约 20 克~1 克
0.0001%	大约 20 克~10 克

**建议：**进样量控制在数码管显示器（1）显示在  $30\ \mu\text{g}$ ~ $200\ \mu\text{g}$  之间为佳，超出范围可减少进样量，反之增大进样量。

### 一、液体样品的测量

首先确认“搅拌键”、“电解键”打开，用待测样品清洗注射器 5~7 次，然后根据试样含水量的多少决定取样量大小，通常按下规定的注射器取样量抽取  $<0.1\sim 5\text{mL}$  试样，为进样做好准备。

试样含水量 (ppm)	取样量 (mL)
0-10	2-5
10-100	1-2
100-1000	0.1-1
>1000	<0.1

当仪器达到平衡点时，显示器停止记数，同时终点指示灯由绿色变为红色，蜂鸣器报警。然后按下“启动键”，迅速把样品注入到电解池里的卡式试剂内，拔出针头，仪器将自动进行测定。

**注 意：**进样前必须用试纸擦拭进样器针头部分；样品注入时，进样器的针尖应插入试剂中；样品不能与电解池的内壁及电极接触。

当仪器测定完成后，屏幕将显示该样品水含量，同时蜂鸣器报警三次，终点指示灯由绿色变为红色。

**注 意：**含水量大的物质取样量小，反之取样量要大，否则将产生较大的测量误差。同时特别要注意进样时注射器中是否存在小气泡，以防产生严重的测量误差。

## 二、固体样品的测量

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作为例来说明。

当试样难溶于试剂中时，必须选择一个合适的水蒸发器连接到仪器中。

1. 固体进样器如图 5 所示，用水清洗干净，必须干燥好。

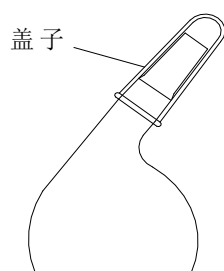


图 5

2. 取下固体进样器盖子，将少许试样装入，并立即盖好。
3. 把装有样品的固体进样器称重，记下总的重量。
4. 快速取下电解池进样口旋塞，把进样器按图 6 中所示插入进样口。
5. 按下启动键 (5)，先让仪器自动电解一下（拿下进样塞时，空气会进入池瓶内），待仪器报警达到平衡点后，将进样器旋转 180 度，使样品落入试剂中。

**注意：**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。

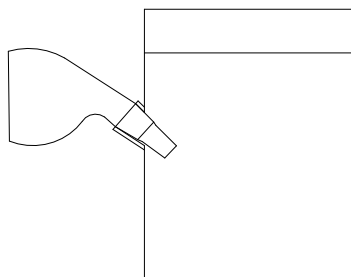


图 6

6. 仪器终点后，读出显示数据，将固体进样器小心取出，并盖好进样盖。
7. 将进样器称重，记下数值，该数值与步骤 3 的数值之差，即为样品的进样量。
8. 固体中含水量的测量和液体中含水量的测量操作方法相同。

### 三、气体样品



气体样品中含水量的测量请参考相关气体含水量测量方法标准。

#### 四、含水量计算公式如下：

$$\text{含水量 (ppm)} = \frac{\text{所测结果 (微克水)}}{\text{样品质量 (克)}} = \frac{\text{所测结果 (微克水)}}{\text{试样密度 (克/毫升)} \times \text{试样体积 (毫升)}}$$

$$\text{含水量 ( \% )} = \text{ppm} \div 10000$$

## 第十章 维护与保养

### 一、安放场所

1. 请放置在避光处，室内温度在 5℃~35℃为宜。
2. 请不要将仪器安放在湿度大，电源波动大的环境内工作。
3. 请不要将仪器放在有腐蚀性气体的环境中工作。

### 二、硅胶垫的更换

进样口的硅胶垫长久使用会使针孔变得无收缩性，使空气中的水分进入而影响测定，应及时更换。

### 三、变色硅胶的更换

干燥管的变色硅胶由蓝色变为浅蓝色时，应更换新变色硅胶，更换时不要装入粉末，以防堵塞出气孔。

### 四、电解池磨口保养

一周左右时间要转动一下电解池的磨口处。不能轻松转动时，请取下重新涂上一层真空油脂后装入，否则使用时间过长就不易拆下。

### 五、电极插头、插座保养

测量电极、电解电极的插头、插座因经常活动，会造成接触不

良，一定要使仪器上的插座的凸口对准电极插头的凹口然后插入，切忌硬性旋转。

## 六、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

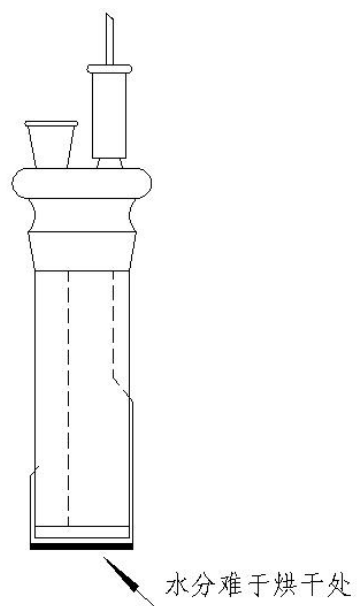
阴极室受到污染可能会出现下列现象：

- (1) 降低电解效率，延长测定时间。
- (2) 由于污染部分粘附吸收水分而使空白电流增加。
- (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整个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，干燥 12 小时左右即可。



## 七、仪器的应用范围

只有在不发生副反应的情况下，仪器才能准确测量样品中的水分。请不要在你正常使用之外，测试不明物质，造成仪器损坏。

实践证明，部分有机碱（包括脂肪胺、芳香胺、杂环化合物、酰胺和亚胺）会造成电极中毒，需要特别注意。

# 第十一章 故障分析处理

## 一、不能正常显示

请检查仪器电源连接线、保险丝、电源开关是否正常。

## 二、试剂过碘

1. 评估试剂是否是真过碘，若是真的，则用 0.5 微升进样器抽取 0.2~0.4 微升水注入。不能用 50 微升及更大的进样器来注入。

2. 检查测量电极，是否是测量电极下端铂丝连接在一起，造成短路。

### 三、电解不结束

检查试剂是否已经失效。

## 第十二章 注意事项

### 一、电解池的注意事项

1. 电解池请放置在避光处，室内温度在 5℃~35℃，相对湿度小于 75% 的地方，避免阳光暴晒使试剂失效。
2. 建议仪器放置环境湿度较小的房间内，可延长试剂寿命，并方便仪器在开机后快速达到终点。
3. 仪器在长时间不用时，请经常开机工作一下。长时间不使用仪器，池瓶内会进入很多的空气，大量的水汽会被阴极室里的陶瓷滤板（半透膜）所吸收，在开机后，陶瓷滤板（半透膜）里的水分会很缓慢的释放到大池瓶内（阳极室），使仪器长时间内很难达到平衡点。
4. 电解池磨口处真空脂涂抹不宜太多，建议一星期转动一下磨口连接处，长时间不转动，磨口处将会牢固地粘接在一起，不易拆卸。
5. 在更换电解电极（阴极室）试剂时，倒入的新试剂如果马上变成淡色，请重新加入试剂，可均匀摇晃电解电极，直至不变色。如多次变成淡色，说明电解电极（阴极室）内的水分过多，必须干燥。可将电解电极（阴极室）放入烘箱设置 50 度，烘 4 个小时左右，待自然冷却后，再加入试剂。
6. 当池瓶内试剂变成深色时，请立即关闭仪器，检查电解电极是否开路、搅拌棒停止旋转或是试剂已经失效。
7. 请购买使用卡尔费休（库仑电量法）试剂。
8. 在开启试剂瓶后，试剂颜色如果变成浅淡色说明已失效，请勿使

用。

## 二、设备使用的注意事项

- 1、仪器使用过程中，搅拌键必须保持开启，如关闭可使电解液强制过碘。当过碘时，可用微量进样器注入少许蒸馏水，调至平衡点后再测定样品。
- 2、试剂必须充分达到平衡点后，才能进行样品测定。
- 3、避免多个样品使用同一个进样器，影响测定误差。
- 4、为达到合理误差和好的重复性，用大于 100 $\mu$ l 的进样器进行样品测定的，请使用称重法进行测定。
- 5、0.5 $\mu$ l 微量进样器推拉杆不要拔出，如拔出则该进样器损坏，不能再使用。

## 三、使用试剂时的注意事项

1. 新更换的试剂为深褐色，进入样品测量时，仪器显示为过碘。此时是不能进行测量的，需加入适量的纯水来调整试剂平衡点。可先用 50 微升的进样器抽取 5 微升纯水注入，反复进行几次，当试剂颜色明显变浅时，要注意控制进样量，直至进入过水状态。
2. 为了使测量结果更加真实有效，我们建议新试剂刚好进入过水状态后，再注入 5 微升纯水，仪器找到平衡点后，即可进行仪器标定和样品测量工作。
3. 仪器使用间隔时间较长，在下次使用时，可多轻摇几下电解池瓶，使试剂更快地吸收瓶壁的水分，仪器进入平衡点会较快。
4. 在正常的测定过程中，每 100 毫升试剂可与不小于 0.4 克的水进行反应。若测定时间过长，试剂敏感性下降，应更换新试剂。
5. 电解池中的试剂，如果在电解过程中发现释放出大量的气泡或试剂被污染成淡红褐色，此时空白电流会增大，测定的再现性降

低，同时，到达终点的时间加长，这种情况应立即更换试剂。

6. 注意不要吸入或用手接触试剂。如与皮肤接触，及时用清水冲洗干净。

7. 试剂有腐蚀性，请妥善保管。

常见的故障及时联系我们解决。欢迎您将实验中产生的特殊情况与我们沟通。

---

保修细则：

一、自购机日期，主机免费保修一年，超过期限的，维修时收取成本费。

二、在保修期间，如有下列情况之一，不属免费保修范围：

1、未按说明书指示要求使用或保管而造成的故障。

2、电解池瓶等玻璃制品使用不当，造成损坏或破裂。

三、本厂保留最终解释权，如有改动，恕不另行通知。