

## 友情提示

- 请在使用本仪器前，详细阅读本说明书。
- 仪器超过一年必须送计量部门或有资格的单位复检，合格后方可使用。
- KF 试剂注入应在通风橱中进行。
- 本仪器不能测量与碘反应的物质。
- KF 试剂内含有二氧化硫、有机碱有害的化学物质，使用时应避免溅到身体及其他物体上，以免伤害及损坏，同时应具有有良好的通风装置（向外排风），防止由于试剂的挥发造成室内空气污染，而影响操作人员的身体健康。分析结束后应集中收集，送专业部门处理,不得随意倾倒排放，防止造成环境污染。

## 目 录

<b>1</b>	<b>KLS-411 型微量水分分析仪安装</b> .....	2
1.1	安装所需的工具和部件.....	2
1.2	KLS-411 型微量水分分析仪安装.....	2
1.2.1	电解池的安装.....	2
1.2.2	电极的安装.....	4
1.2.3	仪器的安装.....	8
<b>2</b>	<b>KLS-411 型微量水分分析仪操作指南</b> .....	12
2.1	简介.....	12
2.1.1	术语解释.....	12
2.1.2	KLS-411 型微量水分分析仪的特点.....	13
2.1.3	KLS-411 的主要技术性能.....	13
2.1.4	仪器的正常工作条件.....	14
2.1.5	安全使用注意事项.....	14
2.1.6	KLS-411 图示.....	15
2.1.7	概述.....	17
2.2	操作基本知识.....	18
2.2.1	启动 KLS-411 型微量水分分析仪.....	18
2.2.2	功能设置.....	19
2.2.3	准备工作.....	21
2.2.4	校正因子的标定.....	22
2.2.5	样品测量.....	23

2.2.6	其他功能.....	25
2.2.7	关闭 KLS-411 型微量水分分析仪.....	26
<b>3</b>	<b>仪器的维护与故障排除.....</b>	<b>27</b>
3.1	仪器维护.....	27
3.2	故障排除.....	28
<b>4</b>	<b>KLS-411 型微量水分分析仪的附件信息.....</b>	<b>29</b>

## 1 KLS-411 型微量水分分析仪安装

### 1.1 安装所需的工具和部件

在 KLS-411 型微量水分分析仪（套装）装运包装箱中可找到以下部件：

- |                          |     |
|--------------------------|-----|
| 1. KLS-411 型微量水分分析仪      | 1 台 |
| 2. JB-11 搅拌器             | 1 台 |
| 3. 通用电源(9VDC,500mA,内正外负) | 1 台 |
| 4. 电解电极                  | 1 支 |
| 5. 指示电极                  | 1 支 |
| 6. 电解池                   | 1 只 |
| 7. 附件一套，以随机装箱单为准         |     |

### 1.2 KLS-411 型微量水分分析仪安装

打开 KLS-411 型微量水分分析仪（套装）包装，取出 KLS-411 型微量水分分析仪、电解电极、指示电极、电解池以及相关附件。

#### 1.2.1 电解池的安装

图 1 是电解池总图：

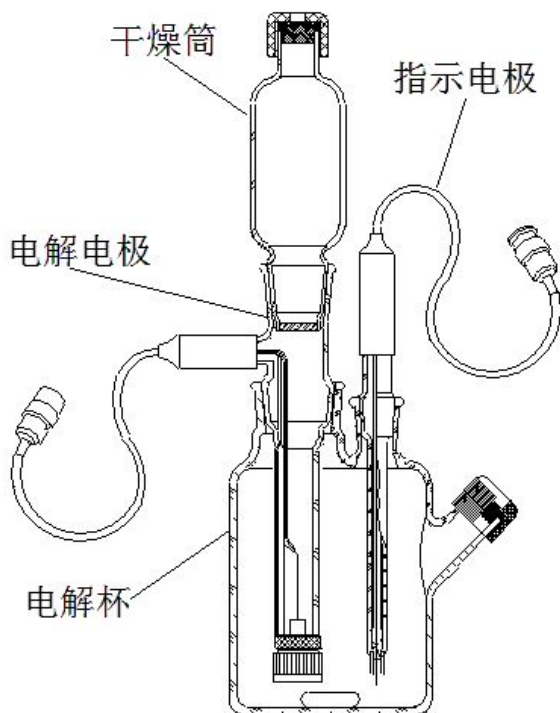


图 1

电解池的安装步骤:

a. 取出电解池, 用户若需清洗电解池, 应卸下电解电极、指示电极和耐穿刺硅橡胶片, 将电解池清洗后, 放入烘箱内 120℃ 烘干。

(注意: 塑胶制品、指示电极及电解电极千万不可烘烤, 只可用无水乙醇清洗, 再用滤纸吸干)。

b. 装好耐穿刺硅橡胶片和进样口结构及耐穿刺硅橡胶片的更换, 旋出电解池上的螺帽, 取出耐穿刺硅橡胶片, 放入新的耐穿刺硅橡

胶片，再旋紧螺帽。旋紧后，耐穿刺硅橡胶片不能松动。如图 2

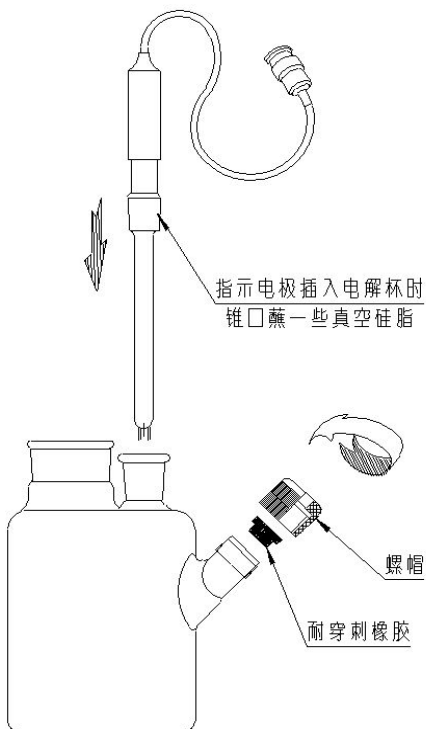


图 2

## 1.2.2 电极的安装

### a. 指示电极的安装和更换

取出新的指示电极，在磨砂口上涂上真空硅脂，再装入电解池中，同时应旋转一下，使界面处能紧密闭合，为了气密性更好，建议在界面

处外面再涂抹一些真空硅脂。如图 2

用漏斗向电解池注入 KF 试剂（阳极液），放入搅拌子。

（警告！KF 试剂注入应在通风橱中进行）。

#### **b. 电解电极的安装和更换**

取新的电解电极，在磨砂口上涂上真空硅脂，再装入电解池中，同时应左右转动几次，使真空硅脂均匀分布，界面处应紧密闭合。

装好电解电极，拧松干燥管上端螺帽，按住电解电极，上下左右晃动电解池，使池内的 K-F 试剂与各部件充分接触，以吸收这些部件和电解池内的水分。

将电解池放置在搅拌器上，连续搅拌 60min，让电解池内空间的水分充分平衡。

电解池的气密性是最关键的，它在很大程度上决定了本仪器能否正常使用，仪器出厂时电解池未安装好，用户安装电解池时，务须保证电解池的密封性能。使之免受外界潮湿对电解池的干扰，影响仪器精度。

向电解电极中注入 KF 试剂（阴极液），约三分之二高度，必须超过电解电极内的电极片 1cm 以上。注意：每次使用前检查电解电极内的 KF 试剂（阴极液）是否足够。阳极液和阴极液注入电解池后，应放置 12 小时。（警告！KF 试剂注入应在通风橱中进行）。

#### **电解电极隔离膜的更换**

电解电极下面的隔离膜使用时间长了后需更换，更换时旋下白色膜架，换上新的膜架，注意膜架中需放入 O 型圈。当更换隔膜后，需按照 1.2.2 中 b) 步骤添加阴极液，使膜片浸泡 24 小时，如发现漏液，取出阴极室，旋紧膜架，使之不能漏液。如图 3

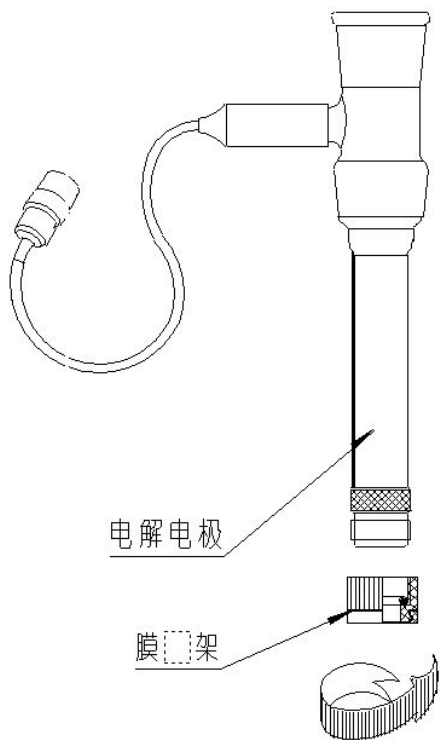


图 3

### C. 干燥剂的更换

取出干燥管，装好干燥剂，界面处涂抹真空硅脂，将干燥筒装在电解电极上，干燥管上端螺帽拧紧，为了气密性更好，建议在界面处外面再涂抹一些真空硅脂。如图 4



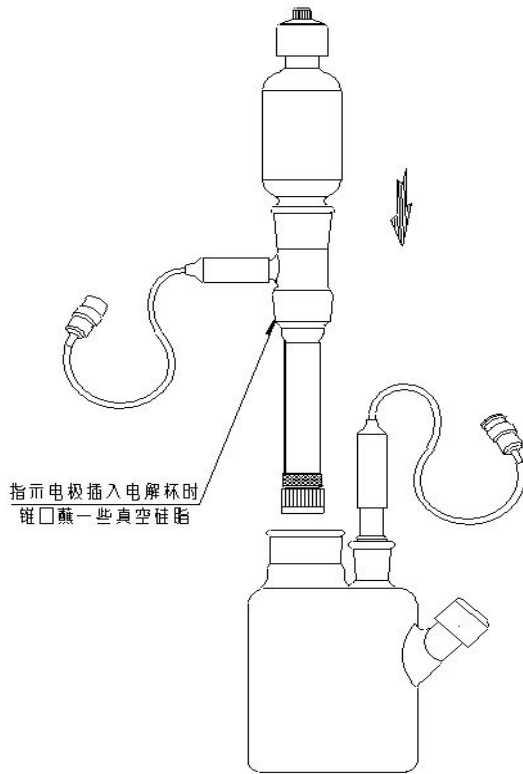


图 4

当干燥管中的变色硅胶颜色由蓝变红时，需将干燥管中的变色硅胶倒出，更换新的变色硅胶，或将失效的硅胶放入烘箱中 120℃ 烘干 2 小时，冷却后再放入干燥管中，拧紧干燥管上的螺帽。如图 5

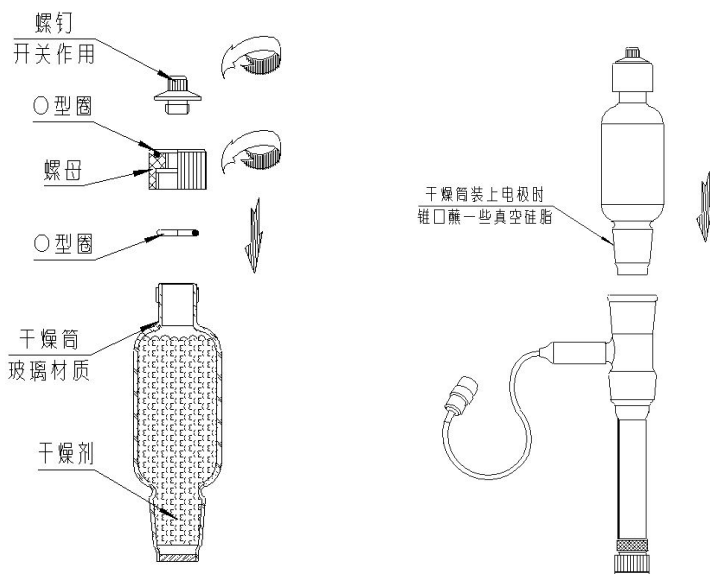


图 5

### 1.2.3 仪器的安装

将指示电极的插头与仪器后面板上“指示电极”接头连接好，检测指示电极的电位。

将电解电极的插头与仪器后面板上“电解电极”接头连接好，输出恒流电解电流。

电源插座：用仪器随机提供的电源线与市电 220V 相连。

保险丝的安装和更换：如图 6

JB-11 搅拌器连接通用电源(9VDC,500mA,内正外负)。

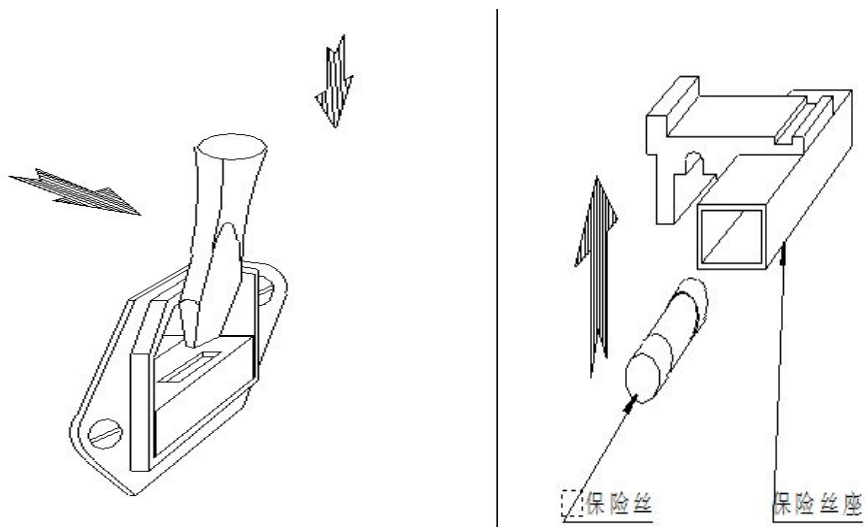
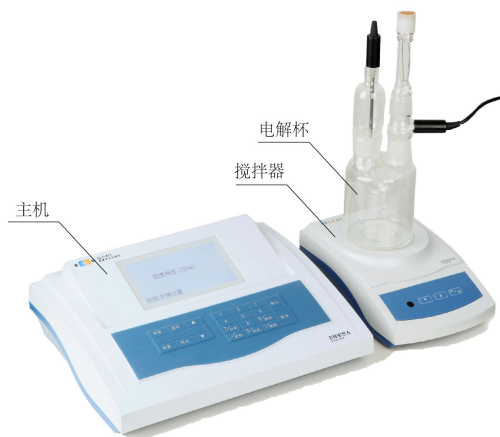


图 6

注意：仪器出厂时，已安装好保险丝，用户无需安装。



**KLS-411 的前视图 (图 7)**



**后面板图 (图 8)**

后面板各接头的功能（表 1）

指示电极	电解电极	RS-232	开关	电源座
用来连接指示电极	用来连接电解电极	用来连接打印机	控制仪器的开启和关闭	连接电源线，接通电源

## 2 KLS-411 型微量水分分析仪操作指南

### 2.1 简介

KLS-411 型微量水分分析仪是一种测定液体中微量水分的分析仪。仪器采用 Karl-Fisher 试剂（K-F 试剂）库仑法电生碘滴定微量水，极化电位指示终点的方法。它由主机、电解池和 411 专用搅拌器组成。

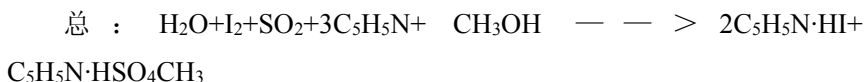
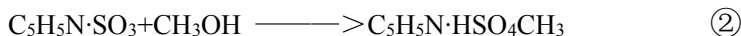
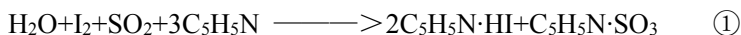
K-F 水分测量法是公认的准确度高、可靠性好的经典方法。相比减重法测量水分，K-F 法对于那些加热时会失重的试样，如油品类显得尤为适应。一般的 K-F 容量滴定法要求滴定整个系统全部与大气中的湿气隔离，并需试剂进行标定，十分麻烦。库仑法 K-F 滴定分析水分的方法可以克服 K-F 容量滴定法的以上缺点。对一些固体试样可采取有机溶剂（如：甲醇）萃取的方法进行测量。

本仪器适用于石油化工、医药、食品、轻工、机电等部门的水分分析。

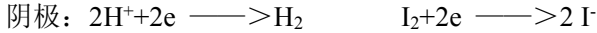
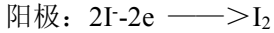
注意！本仪器不能测量与碘反应的物质

#### 2.1.1 术语解释

反应方程式：



电解过程中，电极反应如下：



从以上反应方程式可以看出：1mol 的碘氧化 1mol 的  $\text{SO}_2$ ，需要 1mol 的  $\text{H}_2\text{O}$ ，即电解碘的电量相当于电解水的电量，电解 1mol 的碘需要  $2 \times 96486\text{C}$  的电量，电解 1mol 水需要电量为  $2 \times 96486\text{C}$  电量。

### 2.1.2 KLS-411 型微量水分分析仪的特点

可测定  $10 \mu\text{g} \sim 20\text{mg}$  的水分。

采用的试剂是一种新型的低毒、低污染、可多次重复使用的无臭 K-F 试剂。

试剂无需进行浓度的标定。

测量结果准确度高，重现性好

操作简单，自动化程度高。

### 2.1.3 KLS-411 的主要技术性能

1. 测量范围： $10 \mu\text{g} \sim 20\text{mg}$
2. 电解电流分四档： $10\text{mA}$ 、 $20\text{mA}$ 、 $50\text{mA}$ 、 $100\text{mA}$ 。
3. 极化电流误差： $\pm 0.2 \mu\text{A}$
4. 电解电流的基本误差： $\pm 0.5\%$ (读数)
5. 示值误差： $\pm (5\% \text{检定点} + 3) \mu\text{g}$ 。
6. 测量重复性：不大于 3%。

#### 2.1.4 仪器的正常工作条件

由于水分是自然界里分布最广泛的物质之一，而仪器的检测灵敏度又很高，因此大气中的水分对仪器的分析有很大的干扰，为了仪器的设计精度，除了必须有严格与大气隔离的电解池外，操作者必须有娴熟的操作技能，同时必须具有以下的使用条件：

- a) 环境温度：(5~35)℃；
- b) 相对湿度：不大于 85%；
- c) 供电电源：AC(220±22)V，频率(50±1)Hz；
- d) 周围空气中无腐蚀性气体存在；
- e) 周围无影响性能的振动存在；
- f) 周围除地磁场外无其他影响性能的电磁场干扰。

#### 2.1.5 安全使用注意事项

**危险！**试剂内含有二氧化硫、有机碱有害的化学物质，使用时应避免溅到身体及其他物体上，以免伤害及损坏，同时应具有良好的通风装置（向外排风），防止由于试剂的挥发造成室内空气污染，而影响操作人员的身体健康。分析结束后应集中收集，送专业部门处理，不得随意倾倒排放，防止造成环境污染。

**警告！**为防止触电，必须确保仪器有良好的接地，有条件的可安装漏电保护装置



2.1.6



**KLS-411 型微量水分分析仪的前视图**

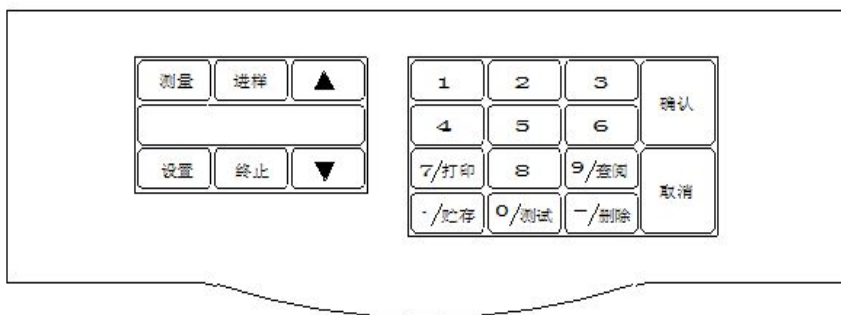


**KLS-411 型微量水分分析仪的后视图**

## 操作键盘

仪器操作键盘由按键和显示屏组成。显示屏可显示 KLS-411 型微量水分分析仪上目前正在执行的活动和工作状态。

### 键盘



仪器 20 个操作键，分别为：（1~6）、7/打印、8、9/查阅、./贮存、0/测试、-/删除、测量、进样、终止、设置、▲、▼、确认和取消键。有些键既有功能键又有数字键的作用，平时它们作为功能键，按这些键可以完成相应的功能；而第二功能即为数字键，当且仅当需要输入数据时，这些键作为数字键。如“0/测试”键，平时按此键，可以在仪器的起始状态下进入电流测试状态；在输入数字时，按此键，将输入数字“0”。

各键功能的具体定义如下：

- “（0~9）”和“.”(即小数点)键：用于设置参数时数据输入。
- “测量”键：用于进入测量分析状态。
- “设置”键：用于设置仪器的各项参数。

- “▼”和“▲”键：用于上下选择或翻看选项。
- “测试”键：用于各挡电解电流的检验。
- “查阅”键：用于查阅仪器所贮存的测量数据。
- “贮存”键：用于贮存测量数据。
- “删除”键：用于在查阅时删除某一测量数据。
- “打印”键：用于打印测量结果。
- “进样”键：用于进样品时暂停仪器；
- “终止”键：用于返回仪器初始界面；

### 2.1.7 概述

KLS-411 型微量水分分析仪采用 Karl-Fisher 试剂 (K-F 试剂) 库仑法电生碘滴定微量水，极化电位指示终点的方法。它由主机、电解池和 411 专用搅拌器组成。

使用 KLS-411 型微量水分分析仪测量样品中的水需要进行以下几个主要步骤。它们是：

1. 功能设置
2. 选择试剂
3. 测量前准备工作
4. 校正因子的标定
5. 样品测量

此过程期间，会显示来自 KLS-411 型微量水分分析仪的状态消息，而且可以通过操作键盘相对应的按键更改用户的参数设置。本文档的下面几页将描述此过程的每个部分。

## 2.2 操作基本知识

本节描述操作员使用 KLS-411 型微量水分分析仪时可以执行的任务。

KLS-411 型微量水分分析仪通常直接由功能键和显示屏来控制。操作微量水分分析仪涉及下列任务：

- KLS-411 型微量水分分析仪的启动，请参阅“启动 KLS-411 型微量水分分析仪”。

- 功能设置，请参阅“功能设置”
- 使用之前的准备工作，请参阅：“准备工作”。
- 标定校正因子，请参阅：“校正因子的标定”。
- 样品的测量，请参阅：“样品测量”。
- 仪器的其他功能，请参阅“其他功能”。

- 关闭 KLS-411 型微量水分分析仪，请参阅“关闭 KLS-411 型微量水分分析仪”。

### 2.2.1 启动 KLS-411 型微量水分分析仪

成功的操作首先要正确地安装和维护 KLS-411 型微量水分分析仪，开机前，须检查电源是否接妥，应保证仪器良好接地。电极的连接须可靠，防止腐蚀性气体侵袭。

打开 KLS-411 仪器后面板的电源键，仪器开启。JB-11 搅拌器连接通用电源(9VDC,500mA,内正外负)，通用电源的电源线与市电 220V 相连。

## 2.2.2 功能设置

在初始界面按“设置”键，即可对仪器参数进行设置。

用上下键将游标移动到所要修改的选项，按确认键进入修改参数。

大、中、小电解电流调整用上下键，其余参数调整直接用数字键输入所需数值即可，修改完成后，按确认键返回，按取消键则不修改参数直接返回。

### 各项参数说明：

大电解电流：仪器电解所用最大电流；

中电解电流：仪器电解所用中档电流；

小电解电流：仪器电解所用最小电流；

设置值参考下表：

预控点电位 1：电位在该设置电位之上仪器用最大电流电解；

预控点电位 2：电位在该设置电位之上、预控点电位 1 之下仪器用中电流电解；

终点电位：电位在该设置电位之上、预控点电位 2 之下仪器用小电流电解，并且当电位到达或小于该电位时，不输出电解电流；

大电解电流I: 100mA  按上下键设置	预控点电位1: 200mV  按数字键设置
-----------------------------	-----------------------------

▶ 大电解电流I: 100mA 中电解电流I: 50mA 小电解电流I: 10mA 预控点电位1: 200mV 预控点电位2: 100mV 终点电位: 40mV  下一页                      参数设置
--

样品含水量	电解电流大小（大、中、小）
样品含水量 ≤ 100 μg	20mA、20mA、10mA
100 μg < 样品含水量 ≤ 1000 μg	100mA、50mA、10mA
样品含水量 > 1000 μg	100mA、50mA、10mA

**注：**预控点电位的设置根据样品所含水量来定，当样品含水量少于 1000 μg 时，建议设置预控点电位 1、预控点电位 2 和终点电位为 270mV、100mV、40mV；当样品含水量大于 1000 μg 时，建议设置为 250mV、90mV、40mV。

**平衡时间：**当电位显示到达终点电位时，电位稳定在终点电位或以下一段时间后（时间为所设定的平衡时间），仪器停止电解，建议设

置值为 10s;

**循环次数:** 当显示的电位在终点电位和非终点电位来回反复几次后 (次数为所设定的循环次数), 仪器停止电解, 建议设置值为 5;

**校正因子:** 校正精度所用的系数, 由于每支电解电极有差异, 如需测试结果更为准确, 测量前应用标准水样品进行校正。具体操作参见 2.2.4 校正因子的标定

**回差电位:** 允许电位偏离终点电位的误差范围, 在此范围内仪器都将认为是终点电位, 建议设置值为 5mV;

**极化电流:** 极化电流分为  $1\mu\text{A}$ ,  $10\mu\text{A}$ ,  $20\mu\text{A}$  和  $50\mu\text{A}$ , 通常都使用  $1\mu\text{A}$  极化电流, 对于某些特殊样品, 需调整极化电流至较高的值, 一般情况下无需调整。

**选择所用试剂:** 库仑法双组分通用型 KF 试剂 (例如: 新中牌双组份 KF 试剂)。

将 KF 试剂阳极液直接倒入到电解池中约二分之一高度即可, KF 试剂阴极液倒入电解电极中约三分之二高度。

### 2.2.3 准备工作

- a) 将电解池装好电解液 (详见本说明书中的电解池的安装)。
- b) 将电解池上各电极与仪器接线柱相连。

若配置打印机, 将打印机的插头连线一端接后面板“打印机插口”, 另一端与串口打印机相连。

- c) 电解池内新的 KF 试剂应是深酱红色, 1 小时后, 在充分搅拌后, 才可进行以下试验。
- d) 开启搅拌器充分搅拌 60min。搅拌器的速度宜选用能使溶液充

分搅拌，又不产生气泡为好。（注意：搅拌器的速度一经选定不宜更动，否则会大大影响测量精度）。阳极液和阴极液在注入电解池后，应放置 12 小时。

e) 在最初始的界面，仪器显示电位值，一般开始电位值在零或几毫伏左右。用 1ml 进样器抽取含水乙醇（无水乙醇 50ml 内注入 1ml 蒸馏水混合），从进样口缓慢注入电解池（注意：不可使注入的乙醇注到电解池中的电极及池壁上），并注意电解池内试剂颜色的变化（由深到淡及微黄），颜色变化越明显则注入速度应越慢，不可性急，当仪器电位显示小于 50mV 时，即停止注入。

f) 按‘**功能设置**’设置好各项参数。

按“测量”键，仪器自动进入预电解状态，等待仪器预电解，此状态下应预电解时间尽可能的长，使仪器内的水分充分达到平衡。待仪器显示“按进样键后输入样品”，准备工作完成。

## 2.2.4 校正因子的标定

为了精度更准确，建议进行校正因子的测量：

a) 按“终止”键返回仪器主界面，按“设置”键，移动游标至“校正因子”，按“确认”键设定校正因子为 1.00。

b) 返回主界面，按“测量”键，待仪器显示“按进样键后输入样品”后，按下“进样”键（注意：必须等待到此状态后才能按“进样”键）。取含水 1000  $\mu$ g 标准水样品，注射入电解池中测量出结果。

c) 将所得结果比上标准值 1000  $\mu$ g，所得的 k 值即为校正因子。

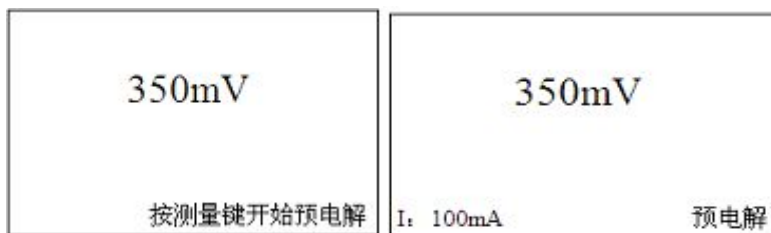
$$K = \text{仪器所测值}(\mu\text{g}) / 1000 \mu\text{g}$$

仪器进入设置界面，将所测得的校正因子 K 值输入仪器。

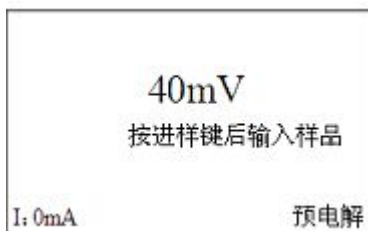


## 2.2.5 样品测量

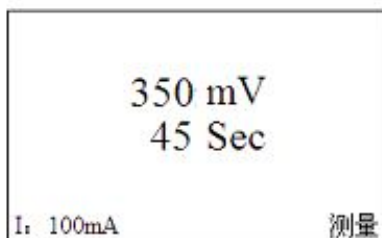
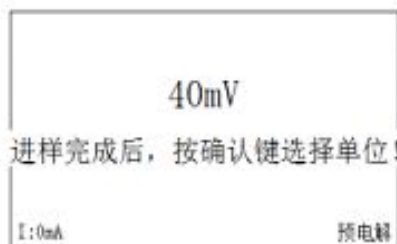
a) 返回主界面，按“测量”键，待仪器显示“按进样键后输入样品”后，按下“进样”键（注意：必须等待到此状态后才能按“进样”键）。



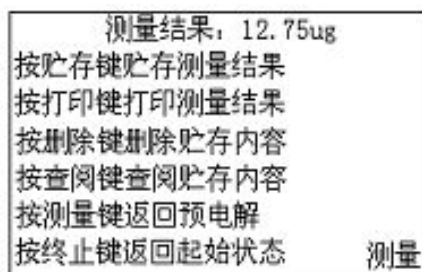
b) 用 0.1ml 或 1ml 进样器（视被测物含水量多少决定）抽取定量的被测物，从电解池的进样口注入到电解池内，针头应插入液面，等待 (10~30)s 使之与 KF 试剂充分混合。



c) 进样完成后，按“确认”键选择单位： $\mu\text{g}$  (mg)、%或 mg/L(g/L)，若选择%或 mg/L(g/L)，则需再输入样品的质量或体积，按“确认”键后再按“测量”键进行测量。仪器开始自动测量，等待仪器分析结束。



d) 分析结束后，仪器显示结果，并可选择是否贮存、打印结果。



e) 按“测量”键，仪器自动进入预电解状态，按照本节的 a~d 即可进行下一次的分析。

由于电解液可以多次重复使用，在放置了很长时间或隔天使用后，如重新开机后，按照本节即可进行分析。由于电解池内可能会泄漏进水分，预电解时间可能会很长，搅拌器应充分搅拌较长时间，让电解池内空间的水分充分平衡，用户应耐心等待。电解池内空气中可能有较多的水分，在预电解前应左右晃动电解池，使电解池内的水分充分与电解液混合。在仪器显示“按进样键后输入样品”后，还应再晃动电解池几次，使电解池内空气中的水分充分与电解液混合。

## 2.2.6 其他功能

### 贮存功能

在显示结果界面按“贮存”键即可贮存数据。

### 删除功能

在显示结果界面按“删除”键即可删除数据，或在查阅模式中删除光标所指数据。

### 打印功能

打印机的安装与设置：若用户配置 TP-16 型打印机（打印机的安装见该产品使用说明书）；

打印开始前，请参照打印机说明书，将串行传输速率设为 9600。将打印机连接线插入 RS-232 界面内。

TP-16 打印机的设置：串行传输速率设置为 9600，无奇偶位，即 DIP 开关设置为：1—ON，2—OFF，3—OFF，4—OFF，5—ON，6—ON。

**注意：**仪器必须在断电情况下连接打印机。

### 查阅功能

在显示结果界面或初始界面按“查阅”键即可查阅数据。

### 2.2.7 关闭 KLS-411 型微量水分分析仪

用户使用完毕，按仪器的“开/关”键关闭仪器。测试完样品后，所用电极应浸放在蒸馏水中。如果仪器长期不用，请注意：

1. 断开仪器和搅拌器的电源！
2. 仪器的插座必须保持清洁、干燥，切忌与酸、碱、盐溶液接触。

## 3 仪器的维护与故障排除

### 3.1 仪器维护

- a) 使用完毕后应把仪器放置在干燥阴凉处。
- b) 一般电解池中的 KF 试剂一个月应进行更换；如测试的频繁量大，则应两星期一换。
- c) 所用的玻璃器皿应保持干净。
- d) 如长时间不使用，电极使用完毕后，应放置在干净的无溶液的烧杯中，以防损坏。
- e) 检查电极连线是否保持良好的连接。
- f) 仪器的输入端必须保持干燥清洁。仪器防止灰尘及水汽浸入。在环境湿度较高的场所使用时，应把电极插头用干净纱布擦干。
- g) 开机前，须检查电源是否接妥，应保证仪器良好接地。

### 3.2 故障排除

现象	故障原因	排除方法
开机没有显示	a.没有电源 b.保险丝坏	a.检查电源 b.更换同一型号保险丝
电解电极上没有碘生成	电解电极没有接好	重新接好电极
仪器长时间的预电解	电解池密封性不够	重新在磨砂界面处涂抹真空硅脂，并重新安装
电解电极铂片上生成碘	电解电极正负极接反	重新换一只电解电极
打印机不打印或打印不正确	a. 打印机电源没接 b. 打印线没连接 c. 打印机设置错误 d. 打印机选择错误	a. 连接打印机电源 b. 连接号打印机连线 c. 设置打印机波频率 d. 更换打印机
测量数据不正确	a. 针头擦拭不当 b. 称量误差	a. 擦拭针头时应小心，防止把针头中的溶液吸出 b. 重新小心称量

#### 4 KLS-411 型微量水分分析仪的附件信息

型号	名称	描述
KLS-411	微量水分分析仪	标配
JB-11	电磁搅拌器	标配
	电解电极（包含 1 套膜架）	标配
	指示电极	标配
	电解池（包含 1 个进样口螺帽及 1 个耐穿刺硅胶片）	标配
	耐穿刺橡胶	标配
	100ml 微量进样器	标配
	干燥剂	标配
	干燥管	标配

