

SFY-F 型全自动微量水分测定仪

# 使 用 说 明 书

扬州金力电气有限公司

## 目 录

第一章、概述.....	2
第二章、技术参数.....	2
第三章、工作原理.....	3
第四章、结构特征.....	3
第五章、安装操作.....	4
第六章、界面功能.....	7
第六章、注意事项.....	9

## 第一章 概述

SFY-F型全自动微量水分测定仪是一种全新研制的微量水分测定分析仪器，该仪器采用了彩色触控液晶显示器，人机对话方便、直观，易于操作。仪器具有检测速度快、精度高的突出优点。仪器具有故障自诊功能；仪器可实时以文字显示测试状态；仪器采用了数字式触控搅拌调速，方便了用户的使用。

该仪器采用卡尔-费休库仑滴定法，能可靠地对液体、气体、固体样品进行微量水分的测定。测试时，对于不溶于试剂的固体及容易污染电极及试剂反应的物质，可配用相应的固体、气体、液体进样器进行间接测定，是一种高效率、全自动的分析仪器。广泛应用于电力、石油、化工、医药、铁路、环保、科研院校等行业。

## 第二章 技术参数

1. 显 示 方 式: 64K 色高清晰度触摸显示器
2. 测 量 原 理: 库仑电量法
3. 搅 拌 调 速: 滑动式触控面板调速
4. 测 定 范 围: 0ug~200mg 1ppm~100%
5. 灵 敏 阈: 0.1ug
6. 准 确 度: 0ug~100ug±3ug  
100ug 以上不超过±3% (不含进样误差、环境湿度误差)
7. 试 样 类 型: 固态、液态、气态
8. 打 印 方 式: 微型热敏打印机
9. 数 据 存 储: 1000 条试验记录
10. 状 态 指 示: 动态曲线、文字显示
11. 日 期 时 间: 掉电可正常工作 10 年
12. 计 算 公 式: 5 种可选
13. 电 源: AC 220V±10V 、 50Hz±2.5Hz
14. 功 率: 50VA
15. 适 用 环 境 温 度: 15~35℃

16. 适用环境湿度:  $\leq 85\%$

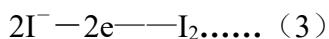
17. 外 形 尺 寸: 330mm X 260mm X 180mm (长 x 宽 x 高)

### 第三章 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, 所有生成的碘, 依据法拉第定律, 同电荷量成正比例关系。如下式:



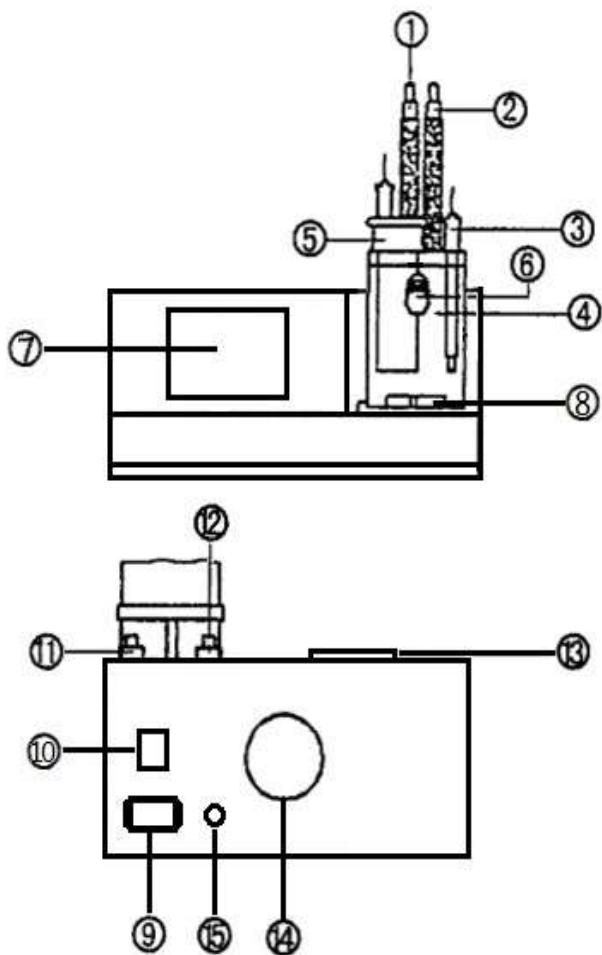
由 (1) 式可以看出, 参加反应的碘的克分子数等于水的分子数。把样品注入电解液中, 样品中的水分即参加反应, 通过仪器可反应出过程中碘的消耗量, 而碘的消耗量可根据电解出相同数量碘所用的电量, 经仪器计算, 在显示屏上直接显示被测试样中水分的含量, 该仪器采用电解电流自动控制系统, 电解电流大小可根据样品中水分含量的大小自动调整。

### 第四章 结构特征

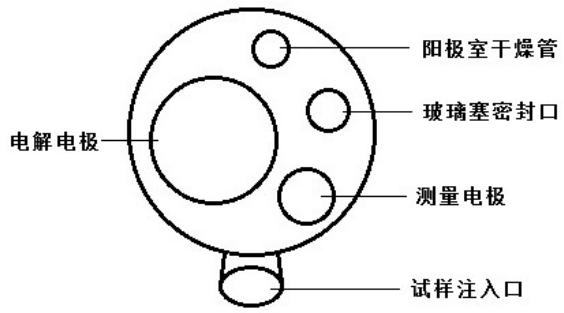
一、整机及电解池结构见图 1:

- (1) 阴极室干燥管
- (2) 阳极室干燥管
- (3) 测量电极
- (4) 滴定池 (阳极室)
- (5) 电解电极
- (6) 试样注入口 (进样旋塞)
- (7) 触摸式彩色 LCD
- (8) 搅拌子
- (9) 电源插座
- (10) 电源开关
- (11) “测量” 插座
- (12) “电解” 插座
- (13) 打印机
- (14) 散热风扇

(15) 保险丝盒



整机结构



电解池部件安装示意图（俯视图）

图 1

## 第五章 安装操作

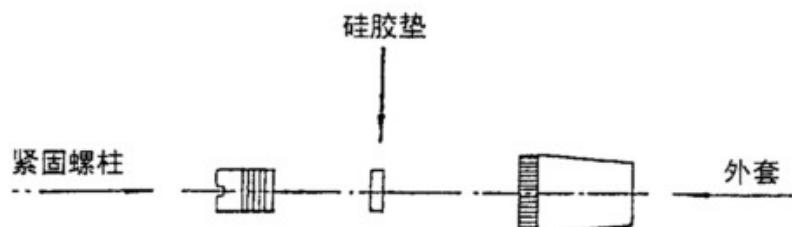
- 一、 将微量水分全自动测定仪放置平整的、不受日光直射的工作台上。
- 二、 仪器后盖板上电源插座处接入交流 220V、50Hz 电源，电压波动不应大于 5%（有条件可使用电子交流稳压器）。
- 三、 滴定池的清洗、干燥和装配：

1、 在使用前，把滴定池上所有的玻璃磨口打开，滴定池瓶、干燥管、密封塞可用水清洗。清洗后放在大约 80℃ 的烘箱内烘干，然后自然冷却。注意阴极室（电解电极内部）不能用水清洗，可用丙酮、甲醇等有机溶剂进行清洗，清洗后用吹风机吹干。清洗时应注意，不要清洗到电极引线处（下图黑色胶帽处），否则在测定试样过程中会造成测量误差。



电解电极（阴极室）

2、把硅胶干燥剂装入干燥管中，注意不要把硅胶粉末装入。然后将试样注入口的旋塞装好（见下图---出厂时硅胶垫已装好）。



完成上述操作后，把搅拌子通过样品注入口（或放置电解电极的大的玻璃磨口，并倾斜池体沿池瓶内壁）小心放入。分别将阳极室干燥管、测量电极、试样注入口进样旋塞的磨口处涂抹适量真空密封脂并安装到电解池瓶（阳极室）上，并轻轻转动一下，使其密封良好。（注：试样注入口进样旋塞在仪器出厂时一般已装好）



测量电极



阴极室（电解电极）干燥管（上）和阳极室（池瓶）干燥管（下）

3、将大约 120~130 毫升的试剂通过大的电解电极磨口注入到电解池瓶内（以试剂液面略微超过阳极室外壁最下面一道白色标线为宜），再用漏斗通过阴极室干燥管安装磨口向阴极室注入试剂，阴极室和阳极室的液面高度要尽量保持一致。然后将电解电极、阴极室干燥管玻璃塞磨口处涂抹适量密封脂，并安装到电解池瓶（阳极室）上，轻轻转动一下，使其密封良好。把测量电极、电解电极插头分别插入“测量”、“电解”插座中。

注：注入试剂的操作应在通风橱内进行。

4、打开电源开关，进入测试界面后，仪器自动开启搅拌并电解。滴定池内搅拌子的转速在仪器出厂前已经调整好，一般无需调整（如要调整，可点击屏幕左下角空白处进入搅拌速度调整界面，点击“+”或“-”按钮以调整搅拌速度，使搅拌子旋转平稳，以试剂液面出现轻微漩涡为宜）。

注：如仪器上电后，有搅拌子跑偏的情况（比如跑到池底一侧静止不动，或伴有嗒嗒声），可以先关机，而后倾斜滴定池瓶，使搅拌子滑入池瓶底部中央位置，再平放池瓶到底座上，重新开机即可。

5、测试界面工作状态处如指示“电解液过碘”，表明电解液处于碘过量状态（是新试剂的一般状态），出现这种情况，可以通过样品注入口注入适量蒸馏水（每次用 50ul 微量进样器抽取 10~20ul 纯水并缓慢注入），直到仪器测量电压由负变正并自动电解平衡接近零点并形成一条近似直线为止（通常该值会低于 0.300V），说明仪器已经处于稳定、平衡状态，可以进行后续的标定、试样测试工作。

#### 四、仪器的标定：

1、用 0.5ul 进样器抽取 0.1ul 的纯水，为标定做好准备。

2、首先点击屏幕上“开始”按钮，然后把进样器抽取的纯水通过进样旋塞快速注入到阳极室试剂中（点击“开始”按钮后有约1分钟的进样时间，所以进样过程不必着急，可从容完成进样），注意：应使进样器针尖插入到试剂液面以下，针尖避免与滴定池电极侧壁接触。注入纯水后滴定会自动开始。

3、蜂鸣器响，信息提示“测试完毕”，显示结果为 $100 \pm 20 \mu\text{g}$ （不含进样误差），一般标定2~3次，显示结果在误差范围内就可以进行试样的测定。

## 五、测定操作：

跟仪器的标定类似，当仪器达到稳定平衡状态（“状态”处显示“已稳定”），可以进行试样的测试。

### 1、取样：

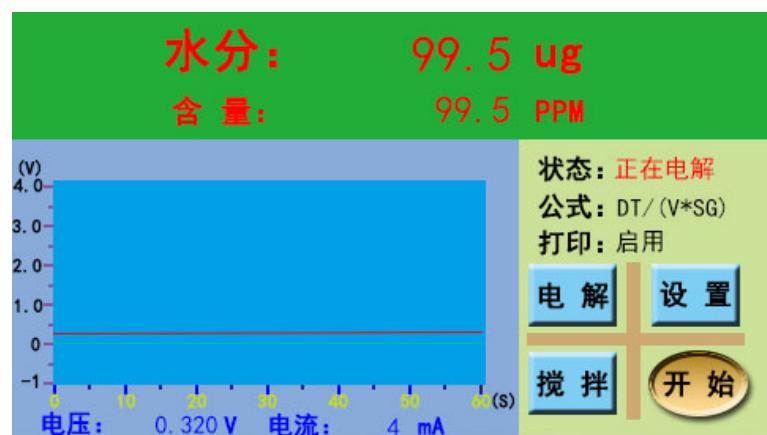
用待测试样冲洗所使用的进样器（含水量较低的样品可以采用1ml进样器；含水量较高样品可以采用50 $\mu\text{l}$ 的微量进样器——一般1000ppm以上含水量样品采用50 $\mu\text{l}$ 进样器，而低于1000ppm含水量样品采用1ml进样器。对于粘度较大的样品，则只能选用1ml的进样器）。

### 2、试样注入和测定

点击“开始”按钮，仪器显示状态“正在测试”，通过进样旋塞把试样注入到阳极室内（注意：应使进样器针尖插入到试剂液面以下），滴定自动开始，水分值不断增加。滴定结束，蜂鸣器响，状态信息提示：测试完毕。

## 第六章 界面功能

开机，显示开机界面后数秒时间内仪器自动进入测试界面：



如需开关电解电流或启停搅拌，可以点击“电解”和“搅拌”按钮（正常情

况下，开机后该两个按钮无需操作）。点击“开始”，显示“正在测试”状态，可以将试样通过注样口注入（注意进样器针头要插入阳极室试剂液面以下），仪器自动进行滴定。滴定完毕，显示实测水分值并打印测定结果（如选择适用固体试样测试的公式 F2 或 F4，还需要在弹出界面输入试样的皮重和总重方可打印测定结果）。

如需强制手动结束测试（适用于测试时拖尾比较严重的情况），请点击界面右上角空白处。

如需更改计算公式，可点击“设置”按钮进入设置菜单界面：



该界面下可以设置计算公式、查看试验记录、设置打印机、设置延时时间等，并可调整滴定池内搅拌子的搅拌速度：向右滑动搅拌速度调整滑块可调高搅拌速度，向左滑动滑块则调低搅拌速度。

### （1）公式选择

该界面下可以点击要选择的公式以确认。点击右上方的“公式参数设定”按钮进入选定公式的参数设置界面。该界面对各公式中使用到的参数做了相应说明：

公式一：  $F1=DT/(V*SG)$       ppm      测量结果 / (试样体积×密度)

公式二：  $F2=DT/(W-w)$       ppm      测量结果 / (试样总重量—皮重)

公式三：  $F3= DT/(V*SG)$       %      测量结果 / (试样体积×密度)

公式四：  $F4=DT/(W-w)$       %      测量结果 / (试样总重量—皮重)

公式五：  $F5=DT$       ug      测量结果 (实测水分值 )

其中， DT—实测水分值， 单位： ug

V—试样进样体积， 单位： ml

SG—试样密度，单位：g/ml

W—试样总重，单位：mg

w—皮重，单位：mg

#### (2) 试验记录

该界面为试验数据记录界面，可以查看之前所进行测试的试验结果数据记录。点击“上翻”、“下翻”可向上、向下逐条翻看记录。点击“清除”，弹出清空试验记录提示框，若在提示框中点击“确定”，可删除所有数据记录；点击左侧“打印”或“删除”按钮可以执行相应功能。

#### (3) 打印设置

该界面下可选择设置启用或禁用打印机。启用时，测试完毕后，仪器自动打印测试结果；禁用时，不打印测试结果。

#### (4) 延时设置

该界面中可设置点击“开始”后接通滴定电流的时间，单位为秒。假如设定的延时时间为 10 秒，则点击“开始”10 秒后，滴定电流才接通。这种处理方法，通常是在测定较小含水量试样时使用。

## 第七章 注意事项

一、使用 0.5ul 微量进样器抽取纯水做标定时，针芯千万不可越过针体上的 0.5ul 标线，否则，一旦抽出了针芯，将造成内部钢丝变形而不可复原，从而造成进样器损坏。

二、在池瓶中更换好新的试剂并以 50ul 微量进样器抽取纯水打平衡时，注入的速度应尽量缓慢（以 10 秒钟注入约 10ul 为宜），同时应观察测量电压值的变化情况，如电压值由负变正时，应立即停止纯水注入，并拔出进样器，等待仪器自动平衡后，方可进行纯水的标定或试样的测试。

注：如果更换的新试剂本身碘含量浓度不高（会呈现较浅的颜色），或者因池瓶内部残余水分过多，池瓶注入新试剂后，测量电压初始值有可能是正值，此时不应再用微量进样器往池瓶中注入纯水，而应等待仪器自动消耗、反应掉内部多余的水分，并平衡、稳定后再做样品测试。

三、新启用的试剂有时有过量析出碘的倾向，直观表现是测量电压值会向负向缓

慢漂移，此时测试样品，结果会偏低。可在进样前以 0.5ul 微量进样器抽取适量纯水（比如 0.1ul）并注入电解池内，待测量电压值变正值、又回到零点（通常在回到零点约 10-20 秒钟）后，即刻进行样品测试，这样就可以得到准确的样品测试结果。通常在使用一段时间（一般 1-2 天）后，该现象就会减轻并消失。

四、滴定池中的试剂可重复使用，一般更换一次试剂后，可与约 1 克的水进行反应，除非试剂失效，否则可持续使用。试剂失效的判断方法是：正常使用的试剂是淡黄色的，如果颜色已变深或有变深的倾向，说明试剂已失效，请立刻关机，并更换新试剂。如试剂失效后继续开机，试剂颜色会持续变深（尤其是阴极室内试剂），阴极室内析出的过量碘会沉积到网状的电解阴极上，导致阻断电流，而使滴定池工作异常，并且沉积的碘不易清洗，处理起来十分不便。故应尽量避免出现类似情况。如果已出现阴极有沉积碘的情况，可取出电解电极后放入烧杯中，并倒入约 30% 的稀硫酸，浸泡 24 小时以上进行处理。

五、新的试剂在启封后保存时，最好以塑料自封袋密封，并放入干燥器中，置于避光、低温处保存。

六、关机后，如间隔一段时间再开机，滴定池内会渗漏部分水分，仪器开机后会自动反应并消耗该水分，仪器会有自动水分值计数，这是正常现象。待仪器将该水分反应完毕并稳定后，即可进行样品测试。

七、试样注入口的硅胶垫在使用一段时间后，针头扎入处孔隙会扩大，为保证密封性，应及时更换硅胶垫片——旋开进样旋塞，更换垫片，再旋入旋塞即可。