

Z S W S - 8 微量水份测试仪

使用说明书



武汉中试高测电气有限公司

第1章 概述

本仪器采用卡尔——菲休库仑滴定法，对不同物质进行微量水分测定，是一种最可靠的方法，本微量水分测定仪成功的应用了这一方法，并采用了微计算机控制，其分析速度快，精度高，液晶屏中文显示，自动打印，且有仪器故障自诊，菜单选择等功能，以达到更好的操作与使用，具有操作简单，全自动的分析仪器。是变压器油水分分析的最理想仪器。

第二章 技术参数

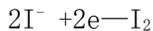
滴定方式：微计算机控制库仑滴定
测量范围：1ug — 100mg (典型值 10ug — 10mg)
分辨率：0.1ug
电解控制：自动电解电流控制(最大 400mA)
滴定速度：2.5mg/min(最大)
准确度：10ug — 100g ± 3ug
1mg 以上转化为 0.3% (不含进样误差)
终点显示：信息显示、蜂鸣器响、终点指示灯亮
日期： 年 月 日 小时 分钟
打印机：16 个字符针式打印 纸宽 44 毫米
电 源：交流 220V ± 10% 50Hz ± 5%
功 率：60VA
使用环境温度：5-40℃
使用环境湿度：≤90%
夕 L 型尺寸：290X380X120
重 量：9kg

第三章 工作原理

卡尔——菲休试剂同水的反应为：



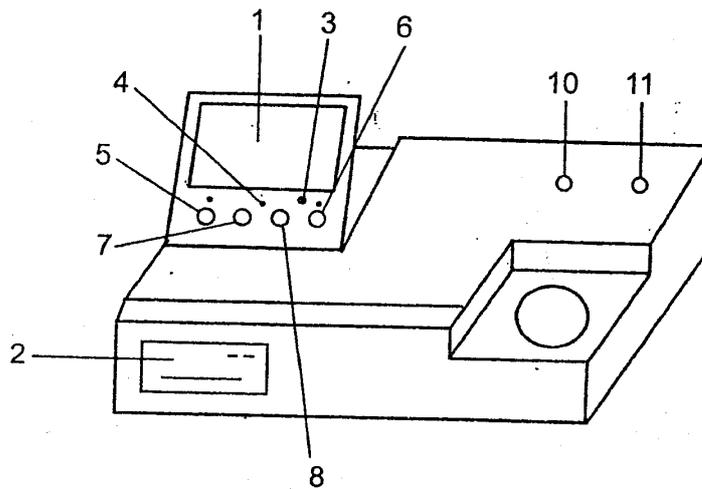
所用试剂溶液是由占优势的碘和充有二氧化硫的吡啶，甲醇等混合而成，把样品加入
到试剂中，在阳极上由电解所产生的碘与样品中的水起反映，在阳极上由电解所产生的碘
与样品中的水起反映，根据法拉第定律，碘与电量成正比地产生出来。



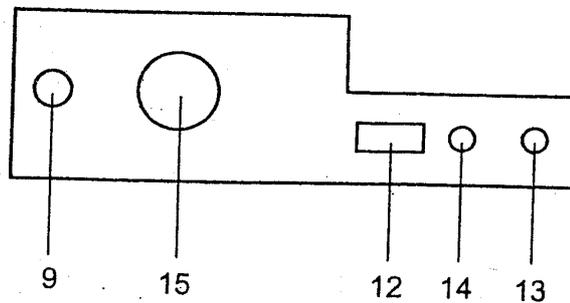
1 摩尔碘与 1 摩尔水质量反应，因此 1mg 水相当于 10.71 库仑电量，根据这个原理，
水含量可以从电解所需要的电量中直接确定，经仪器计算，在显示器上直接显示出测定样
品中的含水量。

第4章 结构物征及使用方法

仪器前面板与后面板说明(见图 1、2)



图一



图二

- 1、液晶显示屏
- 2、打印机
- 3、终点指示灯
- 4、电解开关指示灯
- 5、启动键在每个样品注入前按一下此键，指示灯亮，显示器复位为零。
- 6、搅拌开关：控制搅拌通断，通时指示灯亮。
- 7、功能 / 确定：选择某项参数进入确定
- 8、选择 / 输入键：选择某项输入(数字增大)。
- 9、搅拌速度调整
- 10、电解电极插座
- 11、测量电极插座
- 12、220V 交流电源插座
- 13、电源开关
- 14、保险丝座
- 15、风机

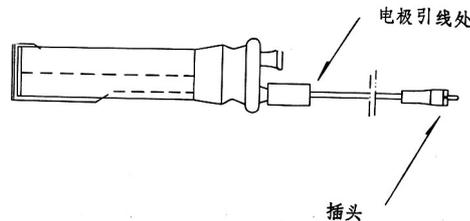
第五章 使用方法

一、仪器自检功能。

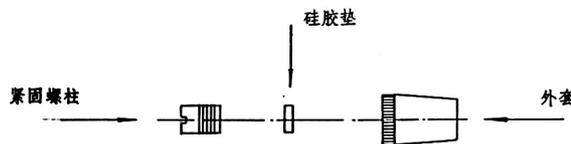
将 220V 交流电源接入电源插座，打开电源开关，在测量(11)和滴定(10)插座开路状态下，短接测量插座时，测量显示过碘，并且不计数，短接电解插座时，测量显示器过水，并且计数。在测量(11)和滴定(10)插座开路状态下，接启动键，一分钟后报警，终点指示灯亮，符合上述过程，说明仪器主机工作正常。

二、滴定池清洗，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、密封塞可用水清洗。清洗后放在大约 80℃ 的烘箱内烘干，时间约 3—4 小时，然后自然冷即，阴极室和测量电极不能用水清洗，可用丙酮、甲醇进行清洗，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，否则在测定试样过程中会造成测量误差。

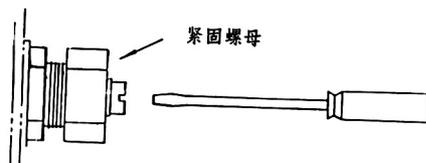


2、把硅胶装入干燥管内，注意不要将硅胶粉装入，然后将试样注入口的旋塞装好，完成上述过程后把搅拌子通过试样注入口小心放入，然后分别在测量电极阴极室，干燥管，进样旋塞，密封塞的磨口处，均匀的涂上一层真空润滑脂，除阴极室的干燥管和密封塞不装其它均装到相应的部位上，轻轻转动一下使其较好的密封。



3、将约 100—200 毫升的试剂用漏斗通过密封口注入阳极室，再用漏斗通过阴极室干燥管插口注入试剂，阴、阳极室的液面高度要基本一致，完毕后将干燥管密封塞装好，轻轻转动一下，使其较好的密封，将滴定池放到磁力搅拌器上，用夹持器夹紧，把测量电极阴极电极插头分别插入测量电解插座内。

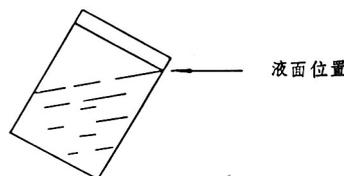
4、打开仪器电源，打开搅拌开关，使仪器搅拌（搅拌速度为液体刚不产生气泡为准）。打开功能确定键，屏幕显示过碘状态，这是用 50—100u1 的进样器向电解池中注入蒸馏水，此过程要缓慢注入，并观察仪器状态，当仪器显示为过水时，停止注入。这是仪器开始跑数，进行自动平衡。



调搅拌速度

5、空白电流。

如果终点指示灯交替闪亮或着一直不能达到平衡状态，说明空白电流不稳定，出现这种情况则是滴定池内壁上吸附有水分。这时，应关掉仪器开关。从磁力搅拌器上取下滴定池，慢慢倾斜转动摇晃，使池内壁上的水分吸收到电解液中（见图 5）。然后把池子放回，重新打开开关，继续进行滴定，这一步骤可反复进行几次。



（图 5）

通过以上操作，空白电流一般情况下会降低到最小（仪器达到平衡状态），如果空

白电流仍然不降低，可能是受到来自大气中的水分浸入所影响或者是陶瓷滤板吸附水分所致。此时应检查滴定池的磨口接合面密封情况，硅胶是否失效，以及阴极室的清洗和干燥剂效果是否良好。

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，在仪器不稳定的状态下，按“启动”，数字显示器复零，约一分钟后，蜂鸣器响，终点指示灯亮。数字显示器仍然显示为零。此时，也可以进行测定。当对测定精度有特殊要求或者被测样品中含有少量的水分时，应当尽量使仪器达到平衡稳定状态，这样对测定低含量的样品有利。

三、仪器的标定

当仪器达到初始平衡点，而且比较稳定时，可用纯水进行标定。

1、用 0.5u1 进样器抽取 0.1u1 的纯水，为注样做好准备。

2、按启动键。

3、把纯水通过进样旋塞注入到阳极室试剂中，注意应使针尖插入到试剂中，并避免与滴定池内壁或电极接触，注入后滴定会自动开始。

4、蜂鸣器响显示终点 END 其显示结果应为 $100 \pm 3\mu\text{g}$ （不含进样误差）

示 2-3 次，显示结果若在误差范围内就可以进行试样的标定。

四、测定条件的建立及操作步骤

1、参数设置

首先按“确定”键把菜单调到参数界面。按选择键，移动光标到参数设定位置，按确定键进入菜单进行设定体积和密度。

2、打印状态

在参数设置内有打印不打印两种状态可选择。

3、日期、时间设定

把菜单调到时间设定，按确立键数字 (XXXX 年 XX 月 XX 日 XX 时 XX 分 XX 秒) 输入按选择 / 输入键，每一位数字设定好后，按功能 / 确定键，一般地产品出厂前时间设定都已完成。

4、平均值：同一样品或不同样品需要算出含水平均值时，可在调出菜单中按选择 / 输入键，调到打印平均值位置，再按功能 / 确定键，打印机可打印出 1—n 个进样数平均值打印出来。

5、操作步骤

(1) 开机显示微量水份测定仪，按搅拌键，电解池中的搅拌子开始旋转。搅拌速度为所搅拌电解液不起泡为宜。

(2) 按功能确立键屏幕显示数字，同时电解开关打开 (新电解液显示过碘，可用 50—100u1 进样器进水调整至平衡，已用过电解液刚开机时一般显示过水，通过电解滴定后到达平衡，报警终点指示灯亮后。

(3) 用 0.5 微升进样器，抽取 0.1u1 水样注入滴定瓶，同时按启动键，屏幕显示含水量在 $100.0 \pm 5\mu\text{g}$ 为合格 (不含进样误差)，一般标定 2-3 次。

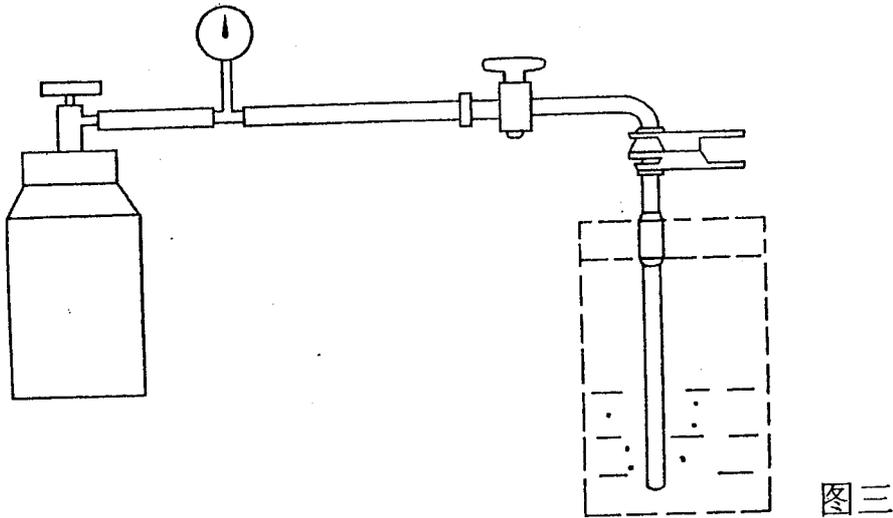
(4) 样品试验，抽取一定数量试样 (一般以 1ml 为单位)，先按启动键，屏幕显示为“00000.0”，然后将试样注入电解池内，电解到终点后，终点指示灯亮，同时报警，打印机打印出样品的含水量。首次使用仪器时或试样不同时，需要注意试样体积、比重与机内设置的体积、比重应相符。

(5) 测量结果用 $\mu\text{gH}_2\text{O}$ 单位来表示，样品中水分含量由以下关系式计算：

$$\text{含水量PPM} = \frac{\text{所测结果} (\mu\text{gH}_2\text{O})}{\text{样品重量} (\text{g})} = \frac{\text{所测结果} (\mu\text{gH}_2\text{O})}{\text{试样比重} \times \text{试样体积}}$$

(6) 气体样品中的水份测定

气体样品中水份的滴定操作过程与液体样品相同，在此只涉及采样办法，连接器见图3。



图三

在测定气体样品中水份时，阳极室须注入约 150 毫升的电解液，确保气体中的水分被充分被吸收，同时气体的流速应控制在大约 0.5L / min 左右，如果在测定过程中阳极室的电解液明显减少，应注入大约 20 毫升的乙二醇补充。

第六章 注意事项

一、电解液的注意事项

- 1、在正常的测定中，每 100 毫升电解液可以与不小于 1 克的水进行反应，若测定时间过长，电解液敏感下降，应更换新鲜电解液。
- 2、不要用手直接去接触电解液，如与皮肤接触，应用水彻底冲洗干净，当使用有吡啶电解液时应有良好的通风设施。

二、测定的注意事项

该仪器的典型测定范围是 10pg~100mg，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进样量

水份含量进样量	最大进样量
100%	大约 10mg
50%	20-10mg
10%	100-10mg
1%	1-10mg
0.1%	10~10mg
0.01%	20~100mg
0.001%	20~20g
0.0001%	20~10g

第七章 维护与保养

一、仪器的安装场所

- 1、仪器应放在避阳光处，室内温度在 5°C – 40°C
- 2、不要将仪器安装在湿度大，电源波动大的环境内工作
- 3、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

样口注入口的硅胶垫长久的使用会使针孔变的无收缩性，使大气中的水分进入而影响测定，应及时更换。

三、硅胶更换

干燥室的硅胶由蓝色变至浅蓝色时，应更换新硅胶更换时不要让硅胶粉末装入否则将造成阴极室、阳极室无法排气，而终止电解。

四、滴定池磨口保养

每7-8天内要转动一下滴定池的磨口让，在不能轻松转动时应重新涂薄薄的一层真空脂，重新装入，否则过长时间的使用，可能拆不下来。

五、电极插头、插座保养

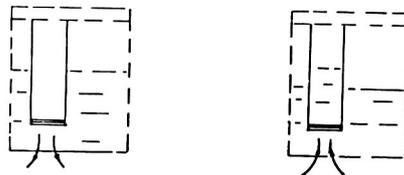
- 1、测量电极、阴极室电极的插头、插座经常活动，会使其接触不良。应对插头部分别擦拭金属部位使其接触良好。
- 2、长时间的应用插头、插座会粘附上污垢，使其接触不良，这时应用乙醇或丙酮分别擦拭金属部位使其接触良好。

六、硅胶更换

1. 当干燥管里的硅胶由蓝色变至浅蓝色时，应更换新的硅胶。

2. 更换时应注意不要将硅胶粉末装入干燥管，否则会出现下列故障。

- (1) 电解液从阴极室全部排出，阴极无电解液而使电解电流终止。（见图9）
- (2) 阳极室电解液浸入阴极室，使碘离子聚集并沉积在陶瓷极板上，而降低电解效率。（见图9）



(图9)

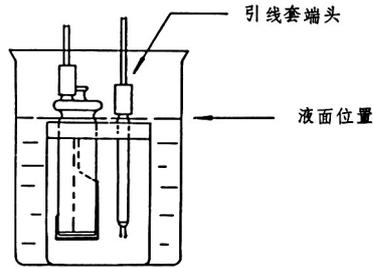
七、滴定池磨口的保养

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：真空脂不易涂得过多，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，使他们便于拆卸清洗。

8、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，按下程序拆卸：

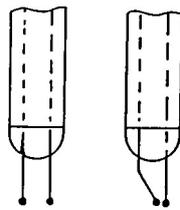
- 1、排去滴定池中的电解液，并冲洗干净。
- 2、在磨口结合处周围注入少量的丙酮，然后用手轻轻地转动磨口处零件，即可拆卸。
- 3、如仍不能拆卸，请将滴定池放入2升的烧杯中，慢慢加入浓度为5%的氯化钾溶液浸泡，其液面位置见图10，必须十分注意，不要让测量电极、阴极室电极的引线套端头进入液体，浸泡约十几个小时或者24小时后，即可拆卸（此方法可重复进行）。



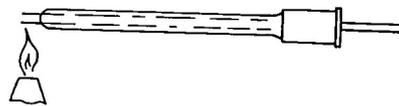
(图 10)

九、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，应按搅拌开关使其停止搅拌，并注意不要使测量电极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，也可以进行修复时要用镊子夹住铂金电极的根部，慢慢修整铂金电极顶端，可用的电极见图 11。
4. 当测量电极被污染时，可用丙酮对测量电极进行擦拭，如果铂金丝的污垢仍不能去掉时，请用酒精灯火焰烧铂丝球端，（见图 12）（请注意将火焰慢慢靠近铂丝球端，避免因急速加热引起电极玻璃部分炸裂）。



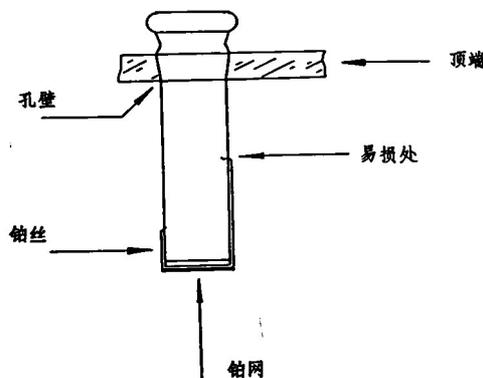
(图 11)



(图 12)

十、阴极室保养

1. 当要拆卸阴极室时，因为铂金丝和铂金网是从阴极室的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。（见图 13）



(图 13)

2. 阴极室的清洗

- (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。

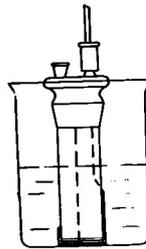
如出现上述情况可用丙酮清洗玻璃件外表及铂网上的污垢（注意不要碰坏铂丝及铂网），把丙酮充入阴极室，用橡皮塞或类似的东西密封好干燥管的接口，充分摇晃，以除去内部的污垢（可以重复进行）。然后把丙酮倒在整個玻璃件外表面上冲洗，但不冲洗到电极引线处。当还不能清洗干净时，请将阴极室浸入到装有稀硫酸的烧杯中，见图 14，（注意不要碰坏铂丝和铂网）。

3. 阴极室干燥

用吹风机的热风烘干阴极，图 15 所示的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。

十一、电极插头、插座保养

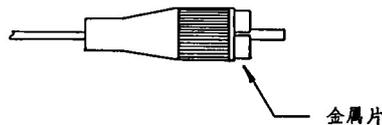
测量电极、阴极室电极的插头、插座经常活动，这会使插头的外侧逐渐松动，当长时间的使用，在插头和插座上会粘附上污垢，这都会使其接触不良，因此要进行修整清洗。



(图 14)



(图 15)



(图 16)

1. 插头松动

当插头与插座连接松动时，可将插头的外金属片用钳子均匀地向内测压（见图 16）。

2. 清洗插头、插座

用乙醇或丙酮分别擦拭金属部位，擦掉污垢使其接触良好。