
KFR-CE19 库仑法卡氏炉专用试剂测试报告



背景：

卡氏炉与库仑法水分仪联用技术的产生，使固体物质的微量表面水检测很容易的得到实现。在锂电池、煤碳、润滑油脂、塑料等领域得到广泛的应用。

库仑法水分仪连接卡氏炉测试固体物质水分，样品不与试剂直接接触，所以不存在卡氏试剂发生副反应的现象；但由于卡氏炉的高温干燥气体不断的对卡氏试剂进行吹扫，会造成试剂的不断挥发，从而改变其组成比例，造成试剂失效。对此在开发库仑法卡氏炉专用试剂时需要考虑使用高粘度的溶剂来降低试剂的挥发性，同时避免使用强挥发性的卤代烃。

卡氏炉测水分原理：

待测样品在卡氏炉中被加热，样品的表面水分以水蒸汽的形式释放出来，载气流将水蒸汽输送到库仑法水分仪的测量池中，与测量池中的卡氏试剂进行反应，通过电解池的电解电量和样品量就可以换算出样品的含水量。

试剂指标：

主要成分：乙二醇胺、二元醇、甲醇等。试剂不含卤代烃和易制毒类溶剂。

本试剂阴阳极液通用

规格：1.5g H₂O/100ml

实验试剂：

仪器：万通 KFC-831 库仑法水分仪（带隔膜发生电极）+860 卡氏炉

测试记录：

1、仪器和试剂：

860 卡氏炉条件：170℃；60ml/min 流速。

831 参数都为仪器默认值。

KFR-C19 试剂装机质量约为 120.54g。

进口高精度水标针

2、试验方案：

831 水分仪装机 KFR-CE19 试剂，同时打开 860 卡氏炉，设定条件：170℃；60ml/min 流速。等 831 水分仪漂移稳定到 20ug/min；同时 860 卡氏炉设定条件到达后，将 860 卡氏炉联入 831 水分仪，并且开始计时。每过一段时用纯水标定一下试剂是否失效。

3、失效判定：

依据《JJG 1044-2008 卡尔·费休库仑法微量水分测定仪检定规程》：示值误差要求 $\pm (\text{检定点} \times 5\% + 3) \text{ ug}$

4、试验数据：

（纯水 1ul=1000ug）

节点	标纯水 ul	漂移 ug/min	水值 ug	备注
第一天 14:30 开始。试剂+测量池称重，总重量 427.01g	1ul	11	1027.7	
	0.5ul	12	502.2	
	0.3ul	11	302.7	
17:00 称重量 425.5g；并标定	0.3ul	8.8	309.1	
	1ul	8.2	1015.9	
第二日早 8:30 称重量 415.34g	1ul	11	1009.2	
	0.3ul	8.8	296.2	
11:30	0.3ul	7.2	300.0	
	1ul	11	1008.4	
13:30 没有称重量，标定。	0.3ul	7.2	305.9	

	1ul	7.8	1028.0	
14:30 称重量 411.64g	0.5ul	8.0	512.4	
	0.3ul	8.7	299.4	
15:30 没有称重量，标定。	0.3ul	6.9	302.1	
	0.5	6.6	504.4	
	1ul	6.7	1032.2	
17:00 没有称重量，标定。	0.3ul	10	305.5	
	0.5ul	9.8	501.2	
	1ul	10	993.7	
17:30 称重量 409.52g，标定	0.3ul	9.5	317.0	测试过程中电位不稳。
	0.5ul	9.4	518.0	结果偏高，试剂接近失
	1ul	11	1229.5	效。
经过 27 个小时后，共挥发了 17.49g 甲醇。试剂失效。				
再向电解池中补加入 17.5g 无水 甲醇，10 分钟后仪器漂移值稳定 到 20ug/min。	0.3ul	20	299.4	
	0.5ul	15	498.8	
	1ul	11	1016.4	
第三天早 08: 30 称重量 416.84g， 标水	0.3ul	6.3	298.5	
	0.5ul	5.5	499.6	
	1ul	5.5	1032.8	
再加入 17.5g 甲醇后，经过 15 个小时的连续使用，测试效果如初。				

5、小结：

KFR-CE19 卡氏试剂装机 120g，在卡氏炉温度 170℃；流速 60ml/min 的条件下可以连续使用 27 小时左右。在甲醇挥发后，补充甲醇在情况下仍可以再使用 15 小时以上。

由于受试验各方面条件限制，我们没有再进一步深入试验；理论上来说可以通过不断的补加甲醇来使用，但由于试剂中的其它组分也存在缓慢消耗，所以实际使用时请先验证为佳。