

卡尔-费休水份测定讲座

瑞士万通中国广州技术支援中心

课程安排

- 第一部分：方法及仪器原理介绍
- 第二部分：仪器参数介绍
- 第三部分：样品处理及取样技巧
- 第四部分：常见问题

第一部分：方法及仪器原理介绍

内 容

- [1.](#) 卡尔费休反应原理及卡氏试剂组成
- [2.](#) 容量法、库仑法水分仪工作原理及特点
- [3.](#) 卡氏加热萃取炉技术
- [4.](#) 自动样品转移技术

水分测定方法应用

- 工业产品（油品, 塑料和气体）
- 化妆品
- 药品
- 食品工业

水分测定方法

- 干燥失重法（烘箱、红外灯、卤素灯、红外天平等）
 - 测定是总挥发份，不仅仅是水分，结果准确性和可靠性差；
 - 条件控制严格（干燥温度和时间），否则结果平行性差。
 - 分析时间长，难于生产控制。
- 色谱法（时间长、对样品要求苛刻、费用高）
- 化学法（共沸精馏法，化学反应法<电石法>等）
- **卡尔费休法（仲裁法）**

KF滴定的优点

- 一种专属性测定水的方法；
- 方法简单，易操作；
- 测量结果准确度高，重现性好；
- 测量范围宽：10 μ g - 100%；
- 测定下限低——最低至1 ppm；
- 分析时间短：30秒—数分钟；
- 样品类型广：可测定液体，固体，膏状物或气体；
- 水份类型多：游离水，结合水，结晶水，都可测定。

已成为多种标准测定水份的首选方法 ！

卡尔费休反应

I.



II.



(RN = 有机碱)

卡氏试剂基本组成

碘



二氧化硫



缓冲液

咪唑

溶剂

甲醇



容量法KF试剂

- 单组分试剂
 - 滴定剂中含有碘，二氧化硫，缓冲溶液和甲醇/乙醇
 - 工作介质中只有甲醇/乙醇

备注：

在密闭的瓶子中滴定度一年下降5%

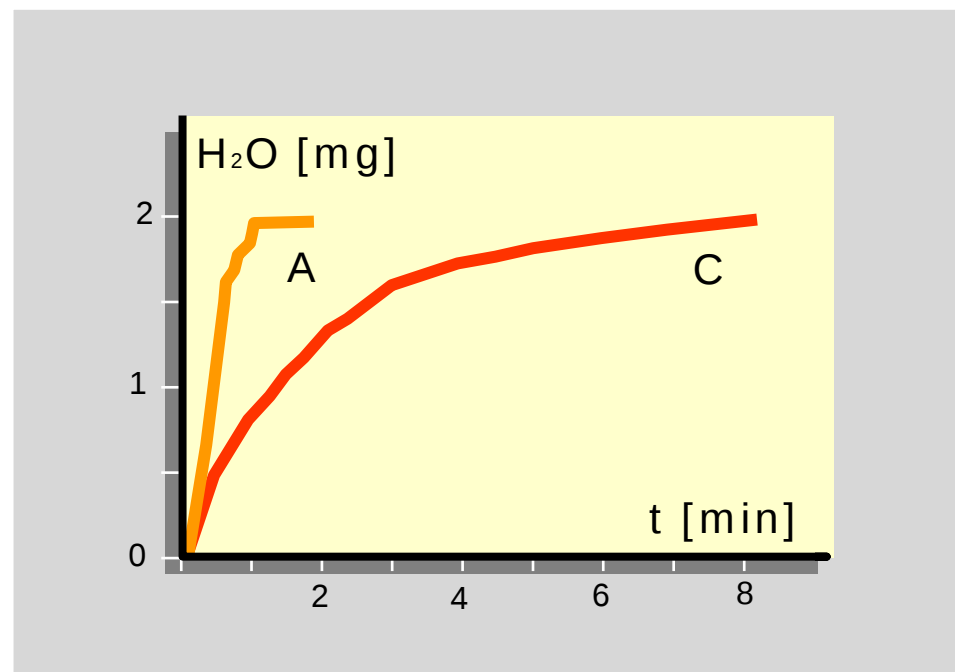
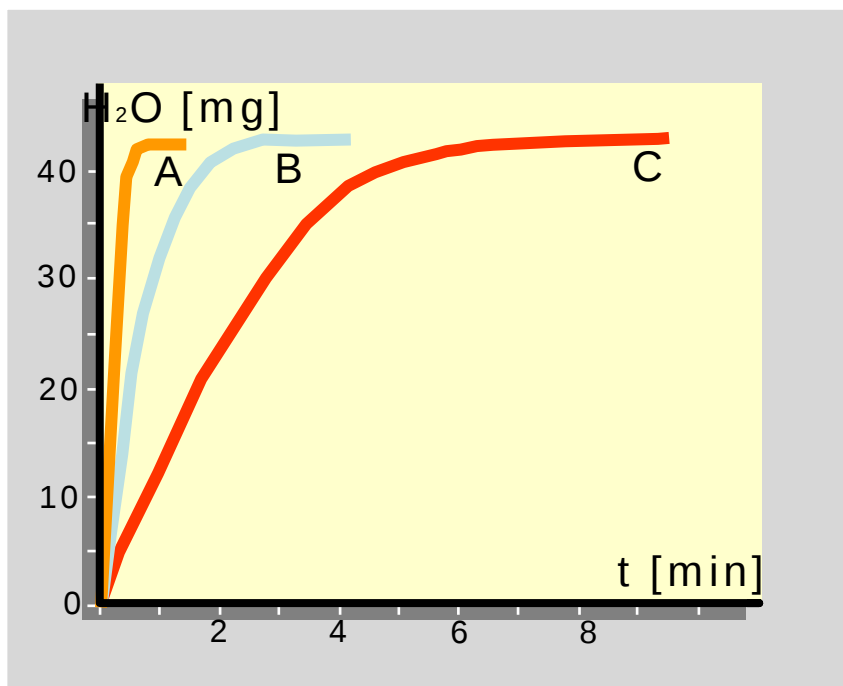
容量法KF试剂

- 双组分试剂：
 - 滴定剂中含有碘
 - 溶剂含有缓冲溶液和二氧化硫

优点：

- 溶剂的pH 值最佳
- 反应迅速
- 滴定度很稳定

不同试剂的滴定速度



A= 双组分试剂 B= 单组分试剂

C= 含吡啶单组分试剂



库仑法 KF试剂

水容量100mg~1000mg（100mL阳极液）

- 阴极和阳极试剂
- 复合试剂
- 醛酮的专用试剂

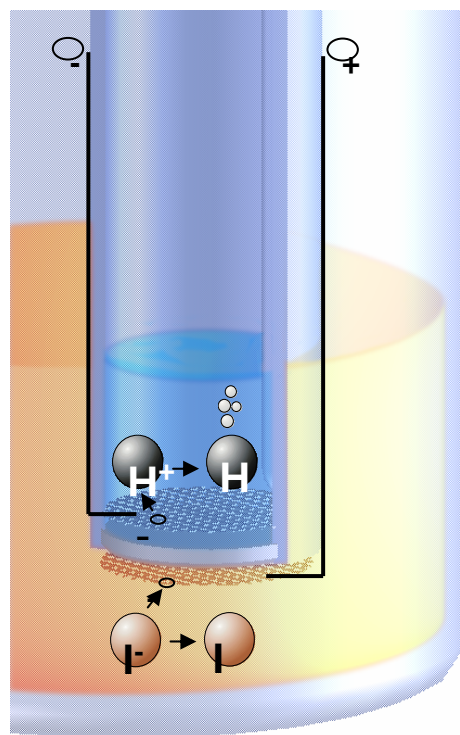
卡尔费休滴定方法

库仑法（电量法）

绝对水量：
10 μg -- 10 mg

相对水：
1 ppm - 1%

ppm

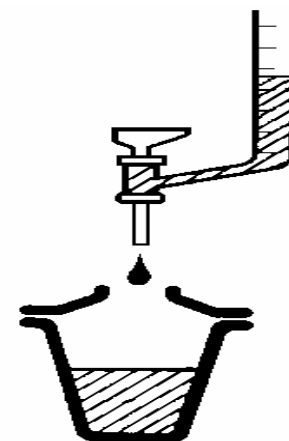


容量法

绝对水量：
0.5mg—100%

相对水：
100 ppm - 100 %

%



库仑法

化学反应相同

指示方法相同

通过电极电解产生滴定剂碘

是一种绝对的测量方法，不需要测定滴定度

副反应会干扰测定



容量法

化学反应相同

指示方法相同

滴定剂碘直接加入

要测定卡氏试剂的滴定度

副反应的干扰易于控制



库仑法

仪器结构：无交换单元，一个指示电极和一个发生电极。一般配728滴定

计量方式：消耗电流的量



容量法

仪器结构：有交换单元，一个指示电极，一般配703/803滴定台。

计量方式：消耗试剂的量

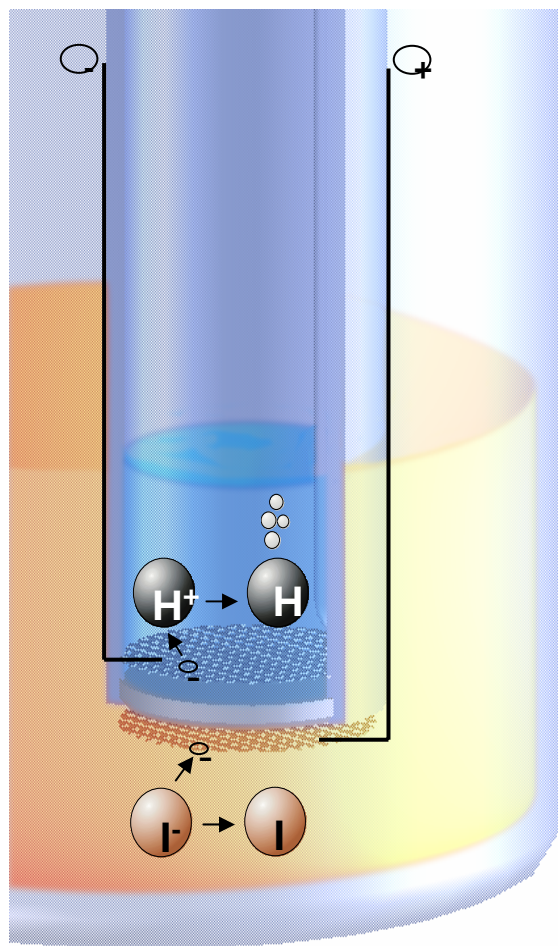


容量法滴定步骤



- 在滴定杯中加入溶剂
- 卡氏试剂预滴定溶剂中的水分
- 加入样品
- 卡氏试剂滴定样品中的水分

库仑滴定法步骤



- 电流相当于“滴定管”
- 试剂中的碘离子在阳极氧化生成碘单质
- 当样品中水分反应完全后，一旦有少量碘过量，发生电流就会停止
- 单质碘由双铂指示电极指示



终点指示

双电位 $I_{pol} = 50 \text{ } \mu\text{A}$
在双铂电极上施加恒定的电流

滴定过程：
→ 双铂电极之间的电位很高

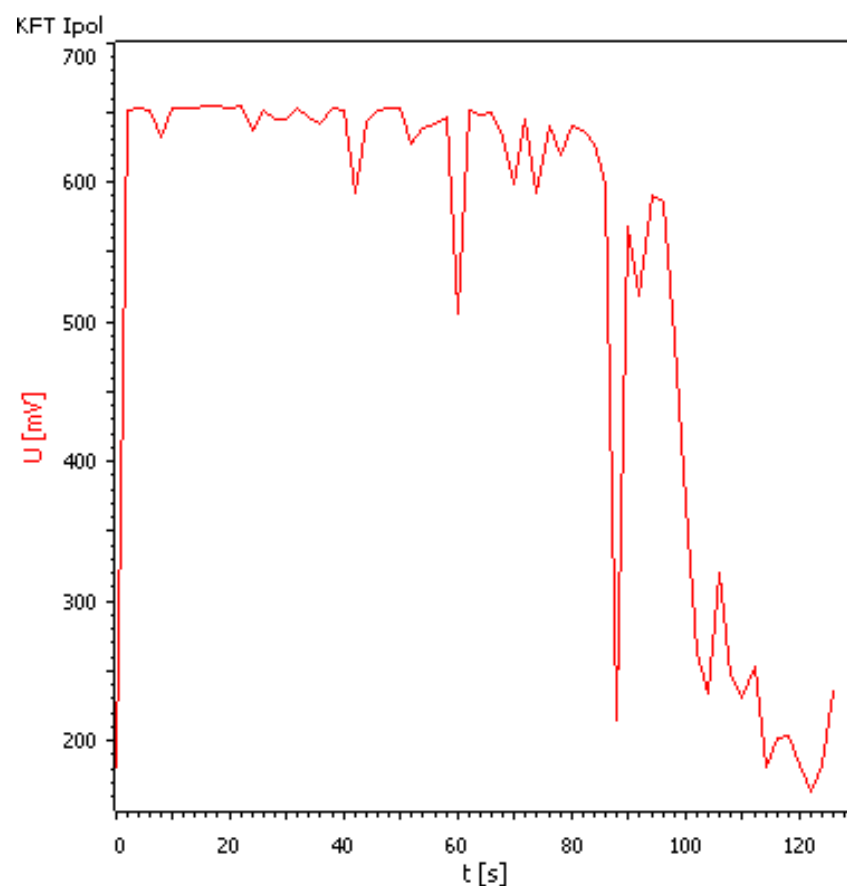
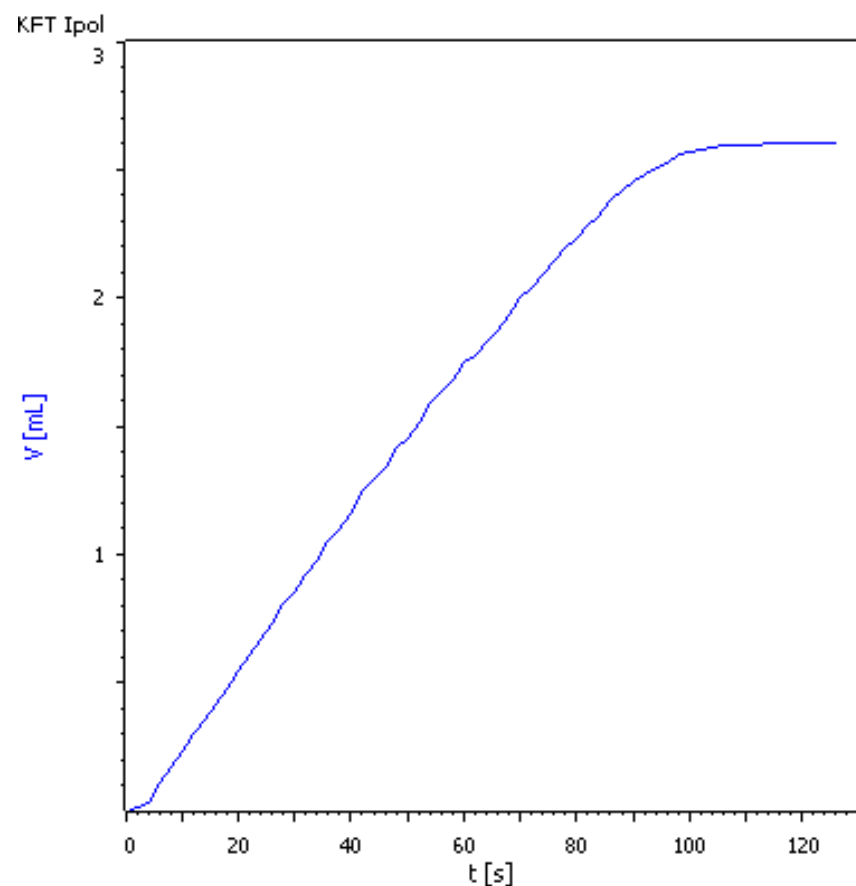
过量 H_2O

在滴定终点：
→ 电位急剧下降

过量少量单质碘



终点指示



以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/708061116136006022>