

卡尔费休水分滴定仪容量法与库仑法的对比

报告：上海禾工科学仪器有限公司

数据档案：2017061201

---案例名称---

卡尔费休容量法与卡尔费休库仑法测定纳米钙中水分的对比试验

---目的---

纳米钙是通过先进的激光技术，采用精细准确的研磨方法制造，比起一般研磨方法更精细准确，纳米钙的粒子非常微细，科学测试已证实纳米技术能将钙的分子打散成非常微细的分子，可以迅速地被身体吸收至血液，通过微细粒子的布朗运动，更有效地储存於骨质内，有效补充流失钙质及提升骨骼健康，改善骨质问题。纳米钙常见於改善、强化骨骼及牙齿成长的产品，适合中年及年长人士食用，有助骨骼之健康。本试验通过卡尔费休法两种仪器分别测定纳米钙中的水分含量，来探索两种方法在测定其水含量的可行性，准确度和重复性。

实验一：卡尔费休容量法

---仪器配置---

- | | |
|-------------------------|---------------------|
| 1. AKF-2010V 卡尔费休水分滴定仪； | 5. 10 μ L 微量注样针 |
| 2. 全封闭安全滴定池组件； | 6. 样品称量舟； |
| 3. 铂针电极； | 7. 电子天平（0.1mg） |
| 4. 滴定池搅拌台； | |

---试剂---

滴定剂：容量法单组份试剂，当量 3mg/mL,国产；	溶剂：无水甲醇；
助溶剂：无	

---测定方法---

- 1、使用仪器的“吸溶剂”功能向滴定池内注入约 40ml 的无水甲醇溶剂。
- 2、使用仪器的“打空白”功能滴定至终点，以去除滴定池内的水分，仪器就绪并保持终点的状态。
- 3、用经过干燥处理的微量进样针精确抽取 5 μ L 纯水，拭干针头后放入天平称量，选择仪器标定功能，将纯水注入到滴定池内液面以下，拭干针头后放入天平称量，将前后两次称量之差作为纯水的重量输入到仪器，开始标定。
- 4、重复步骤 3，反复测量 3~5 次，仪器会自动保存标定结果并计算出平均值作为试剂的滴定度。
- 5、用称量舟称取一定量的样品加入滴定池，将进样前后称量舟的重量之差作为样品进样量输入仪器，并开始测量。

---仪器参数---

计量管体积：20mL 控制精度：1 μ L（20ml 高精度计量管） 搅拌速度：30 吸排试剂：自动 辅助功能：方法保存，结果自动计算存储， 设备检定，废液瓶满警示功能	滴定延时：10 秒 终点延时：10 秒 漂移扣除：关 终点保持：开 漂移值更新：自动 延时设置：可根据需要设置延时滴定、终点延 时功能应对难溶样品
---	---

卡尔费休水份测定仪样品测定记录

样品来源：客户寄样

环境温度：27℃

样品名称：纳米钙

滴定度：3.066mg/mL

环境湿度：41%

样品名称	样品质量/g	消耗试剂/mL	检测时长/min	测量结果/%
纳米钙	0.2545	0.644	2'25	0.7754
	0.2788	0.702	2'41	0.7721
	平均值	0.7737%	RSD	0.3%

实验二：卡尔费休库仑法

---仪器配置---

- | | |
|-----------------------------|----------------|
| 1. AKF-BT2015C 卡尔费休水分测定仪主机； | 4. 全封闭式电解池 |
| 2. 卡式加热炉； | 5. 无油无水净化空气源； |
| 3. 10ml 干燥样品瓶； | 6. 电子天平（0.1mg） |

---试剂---

电解液：库仑法电解液

---测定方法---

- 1、打开仪器，点击测量，仪器自动平衡；
- 2、卡式加热炉设置加热温度为 180℃，空气流量为 15ml/min，吹扫样品瓶和管路中存在的水分，等待平衡；
- 3、平衡后将样品瓶移至冷却槽中冷却至室温，用电子天平称取 0.5 左右的样品，然后在水分仪上点击“测量”，同时将样品瓶装入加热槽，开始测量；
- 4、测量结束后将样品瓶移至冷却槽中冷却，进行下一次测试。

---仪器参数---

测量范围：3 μ g~199mg
检测精度：0.1 μ g（H₂O 质量）

电解速度：6 档选择，自动控制
漂移处理：智能跟踪，自动处理

准确度：>99.7%（1000 μg 纯水）	终点延时：可自定义
电解电流：0~400mA	校准功能：有

卡尔费休水份测定仪样品测定记录

样品来源：客户寄样

环境温度：27℃

样品名称：纳米钙

环境湿度：41%

样品名称	样品质量/g	水质量/ug	检测时长/s	
纳米钙	0.0856	673.5	359	0.787
	0.0917	733.8	396	0.800
	平均值	0.794%	RSD	1.15%

结论：

- 1.采用卡尔费休水分测定仪容量法测定纳米钙中的含水量，样品易溶于甲醇等有机溶剂，可采用直接进样法测量，检测快速方便，能有效检测出其中的含水量。
- 2.采用卡尔费休加热库仑法测定纳米钙中的含水量，由于样品含水量较大，加入的样品量较少进样误差增大。采用加热法，测量时间有所增加，总体上其重复性不如容量法直接进样。对于溶解性较好的，含水量较大的样品。建议使用容量法直接测样。