

库仑水分仪故障维护分享

王玲, 魏钠, 朱雷, 庞一科, 刘望, 姜岩

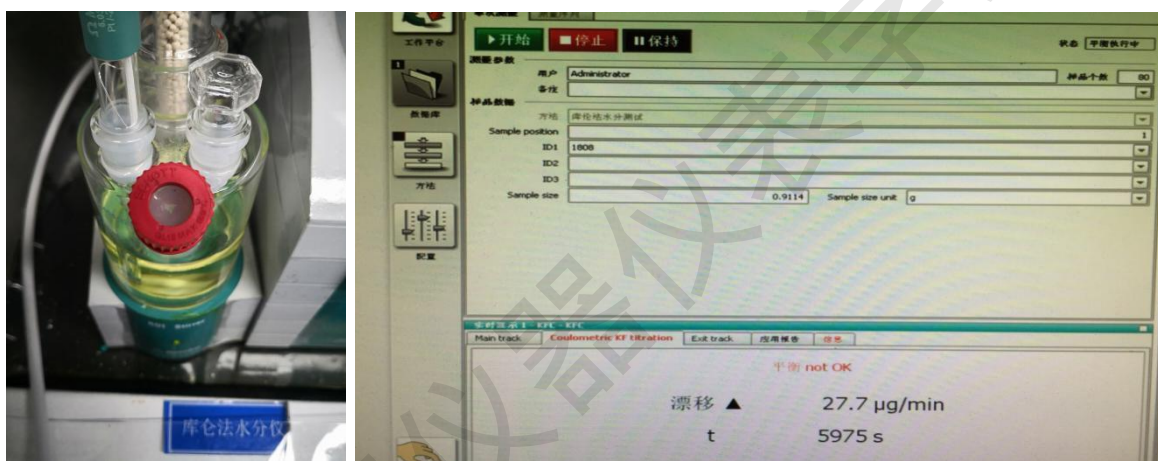
(宁波万华化学有限公司, 浙江 宁波 315812)

摘要: 分享了库伦水分仪故障维护的经验。

关键词: 库伦水分仪;故障维护

1 背景介绍

2022年8月6日白二, 再对精甲醇进行水分分析时, 发现漂移值始终降不到20ug/min
以下故障现象:



图一 维护前现象

2 原因分析

- 2.1 查看滴定杯, 发现进样口隔垫由于不配套且长时间针扎进样, 加上滴定池内外压力差, 导致密封垫密封不牢快掉落至滴定池中;
- 2.2 杯壁上挂有水珠, 导致漂移值不稳定;
- 2.3 阳极液液面与阴极液液面几乎持平, 导致漂移值不稳定;
- 2.4 滴定杯内阳极液失效或被污染, 需要更换。

3 解决措施

- 3.1 重新剪一块硅胶垫, 旋下进样口固定套, 用镊子夹出凹进去的硅胶垫, 放上新的硅胶垫并旋紧进样口外壳;
- 3.2 用一次性滴管吸出再生电极内阴极液, 保持液面低于阳极液 2-3mm;

3.3 观察漂移值虽然降低一些但仍不稳定，便外加半颗单质碘到阴极液中，通过外加单质碘消耗体系中水分，稳定一段时间后漂移值降低到 20ug/min 以下；

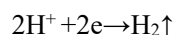
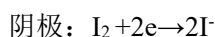
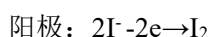
3.4 漂移值稳定后进行精甲醇水分分析，分析后漂移值能维持在 20ug/min 以下；

3.5 如果再次出现这种情况，可能是阳极液长时间未更换失效，需要进行更换。

4 知识拓展

4.1 库仑法水分仪测定原理

卡氏库仑法测定水分是一种电化学方法，其原理是仪器的电解池中的卡氏试剂达到平衡时注入含水的样品，水参与碘、二氧化硫的氧化还原反应，在吡啶（或咪唑）和甲醇存在的情况下，生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸吡啶，消耗了的碘在发生电极上通过阳极氧化产生，从而使氧化还原反应不断进行，直到水分全部耗尽为止，依据法拉第电解定律，电解产生碘是同电解时耗用的电量成正比例关系。



库仑滴定法中，从上式可以看出，即 1 摩尔的碘氧化 1 摩尔的二氧化硫，需要 1 摩尔的水。所以是 1 摩尔碘与 1 摩尔水的当量反应，即电解碘的电量相当于电解水的电量。卡氏库仑法是绝对测定，无需测定滴定度，只需要确保电生碘的电流效率为 100% 即可。

4.2 库仑法水分仪日常维护：

4.2.1 库仑水分仪由两个电极即指示电极和再生隔膜电极，此隔膜只能通过碘，因此再添加阳极和阴极液时，库仑法的阴极液要低于阳极液 2-3mm，有助于让干燥的阳极液中碘向阴极液流动，否则会造成碘过量使测量结果偏高或者漂移值不稳定等后果。

4.2.2 如果漂移值稳定时间太长，可通过以下步骤来排查原因：

- 1) 摇晃滴定容器反应掉杯壁上附着的水分
- 2) 分子筛失效、检查进样口及各管口的密封性
- 3) 阳极液面是否略高于阴极液面 2-3mm
- 4) 试剂消耗殆尽或被污染，需要更换
- 5) 再生电极隔膜污染或吸水，需要进行电极维护。可用乙醇进行清洗，注意不能损坏再生电极的铂网，清洗后可用电吹风吹干或氮气吹干

4.3 日常分析注意事项:

4.3.1 由于在电解池中碘的电解速度非常慢，如样品中水分含量较高时，电解速度跟不上水的反应速度，会导致检测效率大幅度降低，电解时间长且造成仪器工作寿命缩短，而如果通过减少样品量的方式来检测，则会降低结果的可靠性，因此库仑法卡尔费休水分仪只适用于0.1%以下水分含量的检测。

4.3.2 阳极电解液颜色应呈亮黄色，如果更换时间不长颜色便呈棕色或暗黄色，可能是电极的响应能力降低，需对指示电极进行清洁并维护再生电极。

中国仪器仪表表学会