库仑法水分仪 样品量的选择及样品加入时的注意事项

使用瑞士万通库仑法水分仪（831 型号，756 型号）测量样品中的微量水分时，需要根据样品水份含量情况，加入适当的样品量，同时针对不同的样品，也应注意样品加入的技巧和方法。

样品量

样品量应当小，以便在相同电解质溶液中尽可能多的滴定样品，并且可缩短滴定时间。但是，注意样品中至少应含 50 μg H_2O。下表列举有关样品取样量的提示。

样品水份含量	样品量	测得 H_2O
100000 ppm ＝ 10 %	50 mg	5000 μg
10000 ppm ＝ 1 %	10 mg… …100 mg	100 μg…1000 μg
1000 ppm ＝ 0.1%	100 mg… 1 g	100 μg…1000 μg
100 ppm ＝ 0.01%	1 g……5 g	100 μg……50 μg
10 ppm ＝ 0.001%		

液体样品

利用注射器加入液体样品。用长针头的注射器加入样品，注射时针头插入试剂以下；或用短针头的注射器加入样品，使最后 1 滴回吸到针头里。
测量样品量最好的方式是注射前后称量。
痕量和检定时，应当使用玻璃注射器。建议使用专业注射器厂家的产品。

挥发性或低粘度样品取样之前应当冷冻，避免取样损失。相反，注射器本身不能冷冻，因为这样会形成缩合物。同样的原因，吸取冷冻样品时，避免吸入空气。

高粘度样品可以加热，降低粘度。注射器也必须加热。用合适的溶剂稀释也可以达到相同的效果。这时候必须测量溶剂的水含量，并作为空白校正值扣除。

糊状物和润滑膏状物可以用没接针头的注射器注射样品。可以通过磨口孔进样。
如果还需吸液的话，磨口孔需要用隔膜塞。
测定的最佳方法是注射样品前后称重。

高含量水份的样品在按<START>之前，不能通过隔膜插入测量池。否则，漂移及其分析结果导致错误。

痕量水份的样品注射器必须预先充分干燥。可能的话，应当用样品溶液充分清洗。

固体样品

任何时候固体样品都应当提取，或溶解在合适的溶剂中，成为溶液测量；必须校正溶剂的空白值。

如果没有合适的溶剂，或样品会与 Karl Fischer 试剂发生反应，那么就要用干燥炉。

如果固体样品需要直接放在测量池中的话，应当用无隔膜再生电极。可以从磨口孔或侧面开孔加入样品。注意：

- 样品中水份完全释放
- 与 Karl Fischer 试剂没有副反应
- 样品不会附着在电极表面(KF 反应不完全！)
- 不会损坏再生电极的 Pt 网
- 不会损坏指示电极的 Pt 丝