

# 水分测定指导手册



正确的安装  
完美的操作  
快速的测定  
精确的结果

测定过程  
基本原理

## 水分含量测定 使用卤素水分测定仪

METTLER TOLEDO

---

# 目录

<b>1. 引言</b>	3
<b>2. 编排和内容</b>	4
<b>3. 采用卤素水分测定仪进行水分含量测定</b>	
3.1 测定原理	5
3.2 仪器安装	8
3.2.1 水分测定仪的放置位置	8
3.2.2 仪器调试	11
3.2.3 日常操作	13
3.2.4 样品处理	14
3.3 测定方法开发和特殊样品	18
3.3.1 测定方法开发	19
3.3.2 特殊样品	25
3.4 方法验证	30
3.5 应用举例	32
<b>4. 多种水分测定技术概要</b>	36
<b>5. 技术术语</b>	38
<b>6. 选配件</b>	42

---

# 1.引言

水分会影响许多产品的加工工艺、使用寿命、可用性及产品质量，例如药品、塑料和食品，因此监控水分含量信息至关重要。大部分产品都具有最佳生产工艺所适合的水分含量，从而获得高品质产品。此外，水分含量对价格也有一定影响，相关法规对于某些产品的最大允许水分含量有严格的规定(例如：国家食品法规中的相关规定)。

这意味着贸易和生产均需要测定水分含量。水分测定必须快速、可靠，以便尽快完成对生产过程的调整，从而避免中断生产。一种快速、准确测定水分含量的方法是采用卤素水分测定仪的热失重分析法：先对样品进行称量，然后用红外辐射体(卤素灯)进行加热，连续记录损失的质量，当达到规定要求时结束干燥。通过差重自动计算出水分含量(参见3.1“测定原理”)。

在热失重分析法中，减少的质量并不能选择性地归结为水的减少，因为还有除水之外的其他物质也可能因为加热而挥发。所以当采用热失重分析法进行测定时，我们称之为“水分含量”(参见5“技术术语”)。

---

## 2. 编排和内容

本指导手册帮助您了解如何使用卤素水分测定仪进行水分测定，并提供了相关仪器操作的关键点信息，帮助您快速、可靠及轻松地测定水分含量。

同时，本指导手册还提供关于仪器的安装、放置位置、保养和样品处理的信息，并图解说明如何为您的样品提供最优的设置(参见3.3.1“方法开发”)。您可以快速、方便地采用卤素水分测定仪来追溯参考方法测定的水分含量(例如：烘箱法)。您也可以了解到对于特殊样品如何获得良好测定结果的有用提示，例如：易结皮的液体或物质。

本指导手册还附有方法验证、多个应用举例，以及测定水分含量的不同技术的比较分析。

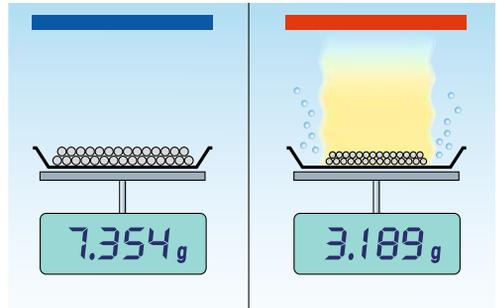
### 3. 采用卤素水分测定仪进行水分测定

#### 3.1 测定原理

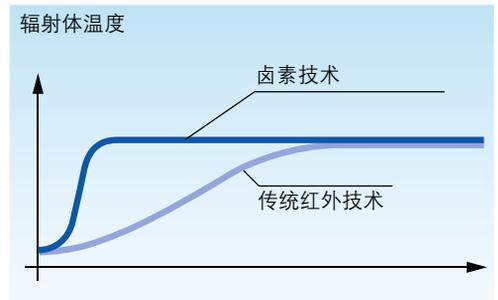
这里解释了如何采用卤素水分测定仪进行水分测定，包括干燥方法(采用热辐射加热样品)和关机模式的原理。

#### 卤素水分测定仪

卤素水分测定仪采用热失重分析法原理，即记录样品的初始质量，然后采用卤素灯对样品进行加热，并由内部集成天平连续记录样品质量，总的质量损失即为水分含量。

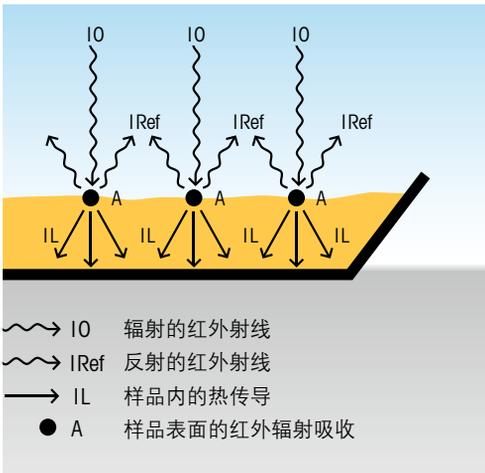


采用卤素辐射体进行干燥是红外干燥法的进一步发展。加热元件由充满卤素气体的玻璃灯管组成，由于卤素辐射体远轻于传统红外辐射体，因此可以快速获得最大热量输出，并实现卓越的可控性。水分测定仪还具有镀金辐射体，可以确保整个样品表面获得良好、均匀的热辐射分布，这对于获得可重复的测定结果是必不可少的。

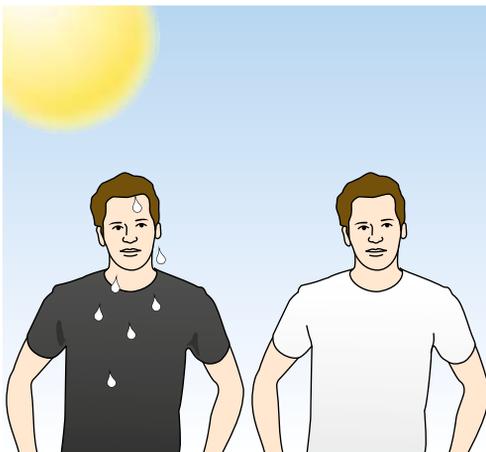


## 干燥过程

传统烘箱法采用空气对流方式对样品进行加热，并需要较长的干燥时间。而与之相比，卤素水分测定仪中的样品吸收卤素灯发散出的红外辐射(热辐射)，故可以达到快速加热的效果。



不同物质具有不同的吸热性能，这主要取决于物质的颜色和性质，因此您应该确保样品具有均匀的表面粗糙度。光滑而色浅的样品表面通常可反射更多的红外辐射，即吸收的热量更少，因此样品温度也就上升的更慢，这意味着样品的吸热性能会影响有效的样品温度。

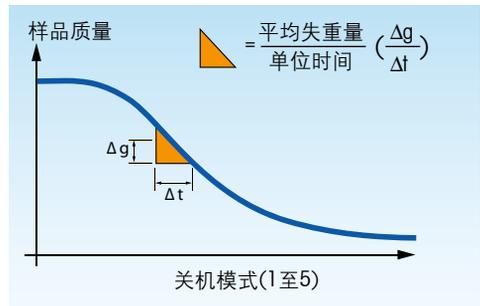


您应该明白这个吸热原理：如果穿黑色衬衫站在太阳下，与穿白色衬衫相比，您会感觉到更热，因此对于深色样品，应该选择一个比浅色样品略低的测定温度。

## 关机模式

关机模式(AK)用于确定卤素水分测定仪的自动测定结束点，并显示测定结果。卤素水分测定仪提供两种不同的关机模式：时间关机模式和失重关机模式。内部集成天平连续测定样品在加热过程中的质量损失，如果失重量( $\Delta g$ )在规定时间内( $\Delta t$ )小于预设，即终止加热过程，并显示测定结果。共有5种预设的关机模式可供选择：

- AK 1 (1 mg/10s)：适用于确定趋向的快速测定
- AK 2 (1 mg/20s)：适用于快速干燥样品
- AK 3 (1 mg/50s)：标准设置，适用于大多数样品
- AK 4 (1 mg/90s)：适用于中等干燥样品
- AK 5 (1 mg/140s)：适用于干燥缓慢且低水分含量样品（例如：塑料）



HR83卤素水分测定仪可自由定义单位时间和失重量，关机模式将影响测定过程的时间和准确性。如果选择关机模式1 (AK 1)，加热过程将在最短时间内完成，但样品通常并没有完全进行挥发，故会大大影响结果的重现性。通过选择关机模式，可以优化测定过程的时间，并确保达到结果的准确性要求。

## 3.2 仪器安装

### 3.2.1 水分测定仪的放置位置

由于采用卤素水分测定仪进行的水分测定建立在高精确称量过程的基础上，故结果的准确性和重复性与仪器的放置位置密切相关。为了确保您的卤素水分测定仪始终工作在最佳状态，请遵循以下原则：

#### 称量台



- 稳固(实验台、实验桌、大理石台)  
当测定过程中，您的称量台不得变形，并且尽可能避免振动的影响。

提示：您可将振动适配器设置为适合仪器放置位置的环境条件。例如，对于严苛环境，可将振动适配器设置为“HIGH”。

A screenshot of the instrument's menu. The text 'Menu' is in the top left, '3' is in the top right, and 'VIBRA HIGH' is displayed in large, bold, blue letters in the center.

Menu 3  
VIBRA HIGH

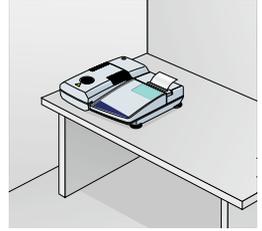
- 抗磁性(非铁的材料)
- 墙面或地面安装  
称量台应竖直立于地面或固定于墙面，如果同时固定于这两处，会将来自于墙壁与地面的振动同时转移至称量台。

称量台必须足够稳固，以确保当有人倚靠在称量台或接近称量位置时，仪器显示屏读数不会发生改变。

## 称量室

- 无振动
- 无气流

将称量台放置在室内的角落处，这些地方是建筑物内受振动影响最小的区域。

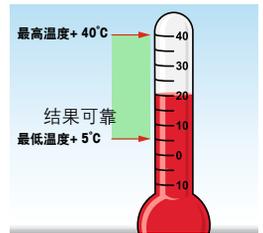


## 空间

- 确保仪器周围具有足够空间，以避免热量堆积和温度过高(卤素水分测定仪上方需保证约1米的空间)。
- 确保与可燃材料保持足够距离。
- 确保与其他灵敏测定仪器保持足够距离。

## 温度

- 尽可能保证称量室温度的恒定，称量结果将受温度的影响。
- 请勿在散热器或窗户附近进行测定(热辐射)。

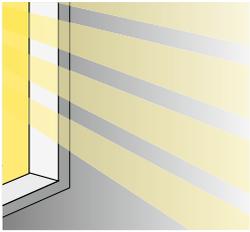


## 空气湿度

- 理想的相对空气湿度(%RH)应为45%~60%。  
当相对空气湿度(%RH)小于20%或大于80%时，请勿操作仪器。

有些样品具有很大的吸湿性，如从周围空气中吸收水分，因此应尽可能保持恒定的相对空气湿度，以确保良好重复性的测定结果。

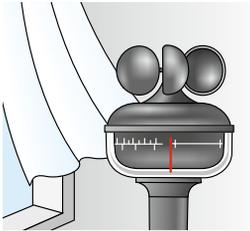




## 光照

- 如果可能，请将水分测定仪放置在没有窗户的墙边。阳光直射(热量)将影响测定结果。

注：主动冷却系统可以保护传感器避免受到卤素辐射体产生的热量影响，但传感器不能避免受到来自于侧面的热辐射，因此阳光直射会影响测定结果。



## 气流

- 请勿将水分测定仪放置于空调或气扇等风源(例如：电脑或大型实验室装置)产生的气流中。
- 请将水分测定仪与辐射体保持距离。除了潜在的温度漂移外，强劲的气流还会影响水分测定仪的测定。
- 请勿将水分测定仪放置在门旁。
- 请勿将水分测定仪放置在人流(气流)多的地方。
- 如果可能，请关闭窗户以防止气流。

### 3.2.2 仪器调试

卤素水分测定仪是高精确性的测定仪器。如果您遵循以下提示，可为您获得可靠的测定结果打下良好的基础。

#### 启动电源

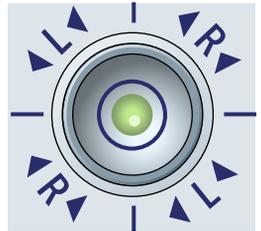
- 请勿断开水分测定仪电源，以确保仪器内部保持热平衡。
- 当您关闭仪器时，请使用“On/Off”开关键。此时水分测定仪处于待机状态。



提示：我们建议当水分测定仪首次连接电源时，应进行至少30分钟的预热。

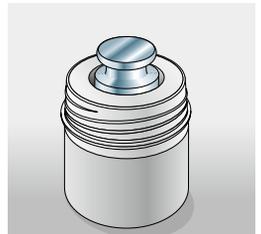
#### 调节水平

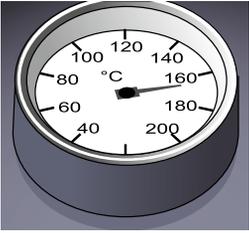
- 调节水分测定仪水平。  
仪器配有水平调节脚和水平指示器(水平泡)，以确保准确的水平调节。当水平泡处于居中位置时，仪器即处于水平状态。
- 检查仪器是否稳定。



#### 校正

- 定期校正天平和加热单元，特别是在以下情况：
  - 首次使用水分测定仪时
  - 更换放置位置时
  - 称量室温度出现较大变化时
  - 调节水平位置后(仅指天平)

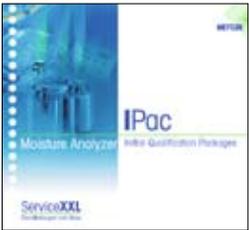




- 在工作条件下进行仪器校正。
- 仪器校正的频率取决于您的质量要求和安全风险。

注：仅在仪器适应环境且冷却后，如清晨的首次测量前，才可进行水分测定仪校正(天平和温度校正)。只有这样，才能确保所有仪器的校正都是在相同状态下进行的。

提示：使用具有校准证书的砝码和温度仪表进行校正，是确保您的检测仪器具有可追溯性的唯一方法。



## IPac Moisture

梅特勒-托利多服务工程师将使用IPac Moisture帮助您完成仪器的安装、认证和完美的参数设置。

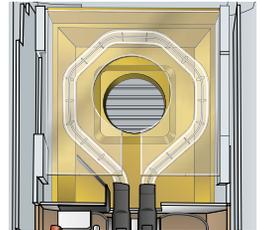
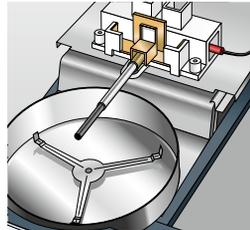
IPac Moisture包括校准证书、用户操作说明书和日常测试说明书，确保水分测定仪可立即使用及可靠的日常操作。

### 3.2.3 日常操作

为了确保精确的测定结果，必须遵守以下关于仪器保养、校准周期及维护的原则：

水分测定仪的保养：

- 保持样品盘区域的清洁(例如：使用毛刷)。
- 清洁温度传感器和加热单元的防护玻璃(详情参见操作说明书)。
- 使用温和清洁剂(例如：玻璃清洁剂)清洁仪器和样品盘区域。
- 如反射体镀层受损，请更换卤素辐射反射体。



### 校准和维护周期

- 通过定期校准(测试)以及在必要时对加热单元的校正，可确保仪器在工作状态下具有稳定且可重复的加热输出，这也意味着您的测定结果可与其他相同型号的仪器进行比较。我们建议您设定称量单元和加热单元的测试周期(取决于风险性)。
- 梅特勒-托利多服务团队提供的年度维护服务将确保您使用的卤素水分测定仪的高质量、测定准确性和价值。

提示：针对HR83卤素水分测定仪，您可在50°C~180°C自由选择测试温度，即可在指定加热温度(例如：130°C)测试加热输出。

**ServiceXXL**  
Tailored Services

### 3.2.4 样品处理



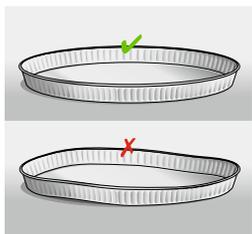
#### 安全信息

- 某些样品需要特别小心，这些样品可能会对人或仪器产生危害或损坏，包括易燃、易爆、有毒或有腐蚀性的物质和/或在干燥/加热期间可能会产生上述物质的样品。
- 禁止对易燃或易爆物质进行加热。  
若不能确定样品性能，可使用少量样品(最多1g)在低温下进行测试。
- 进行风险分析(例如：关于样品及蒸汽的易爆性、易燃性、毒性和腐蚀性风险)。
- 如必要的话，在通风橱内工作(校正应在通风橱内进行)。

警告：辐射体的表面温度比测定温度高，因此可能会引燃涉及的易燃蒸汽。

注：请注意用户应负责并承担因使用上述样品所产生的损坏。

#### 样品盘



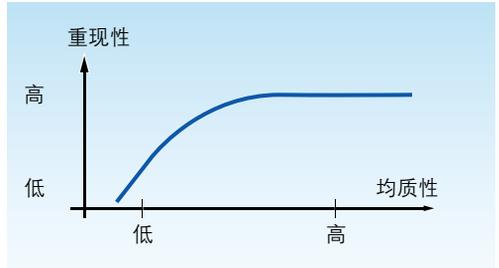
- 水分测定只能使用洁净的样品盘。
- 请勿使用已变形的样品盘。

提示：使用一次性铝箔样品盘可确保可靠的测定结果，免受前次测定样品或清洁剂残留物的影响。另外，也可使用可重复使用样品盘，适用于加热时会腐蚀或使样品盘变形的样品。

请正确处理使用过的样品盘。

## 取样

取样的方式对于测定结果的重现性具有很大的影响：



- 典型样品量。
- 确保样品均质性(充分混合)，例如：首先混合并搅拌所有样品。
- 充足的取样。
- 当取样时(尽可能快地取样)，不要增加或减少水分。
- 如果测定不是立刻进行：请将样品存放在没有气垫的密封容器内(完全填满)。

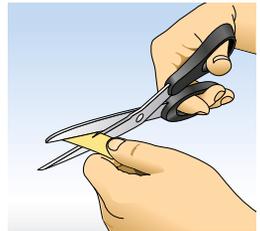


## 样品处理

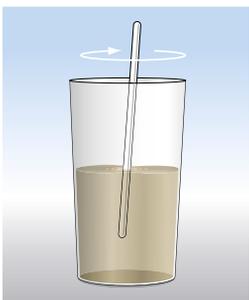
拿到样品后，正确的样品处理也是获得可重复且可靠测定结果的关键。

- 确保均匀的样品表面粗糙度(颗粒大小)。
- 如必要的话，可通过粉碎样品来增加样品的表面积，以确保样品在加热时，将水分更好、更快地释放出来(表面水分更快地释放)。
- 样品处理时不应加热样品，这会引发水分损失。

样品可以进行机械粉碎处理，例如：使用研钵、磨碎机(水冷)或 ([水]) ([冷]) ([水]) ([磨]) ([碎]) ([机]) ([水]) ([冷]) ([或]) ([简]) ([单]) ([地]) ([进]) ([行]) ([剪]) ([切]) 。



提示：您可使用玻璃纤维盘来增加液体的受热面积，加快干燥速度。



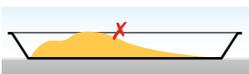
## 样品应用

均匀的样品分布可保证水分测定过程中的均匀热量分布，使样品中水分均匀挥发出来，确保更高重现性的测定结果。

- 样品放入样品盘之前，对其进行充分搅拌。
- 始终保持相同样品量，以获得良好的重复性。

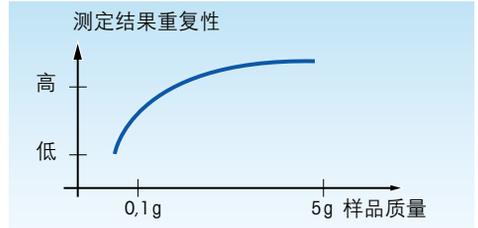
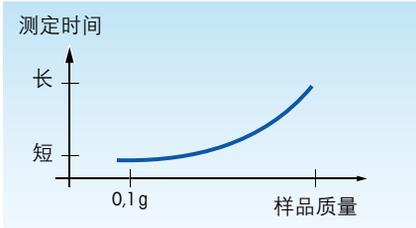


- 取用合适的样品量。样品应该薄而均匀地分布于整个样品盘。



- 样品应均匀分布于样品盘(不要呈堆积状)。

样品量对测定结果重复性和测定时间的影响：



更多的样品量意味着更多的水分挥发，更长的水分测定时间。并且，过多的样品量可能会导致受热分布不均匀，从而降低测定结果的精确性。而另一方面，随着样品量的减少，测定结果重复性也随之降低(更大的标准偏差)：

2g样品量的标准偏差<sup>1</sup>：0.05%

10g样品量的标准偏差：0.01%

<sup>1</sup>假设为理想样品，所有样品的水分均被挥发出来，并不发生分解(例如：石英砂)，结果偏差主要取决于物质的不确定性和仪器的重复性参数(该案例仪器：HR83)。实际上，一系列样品(非理想样品)测定发生的结果偏差可能大于表中所述。

---

### 3.3 测定方法开发和特殊样品

---

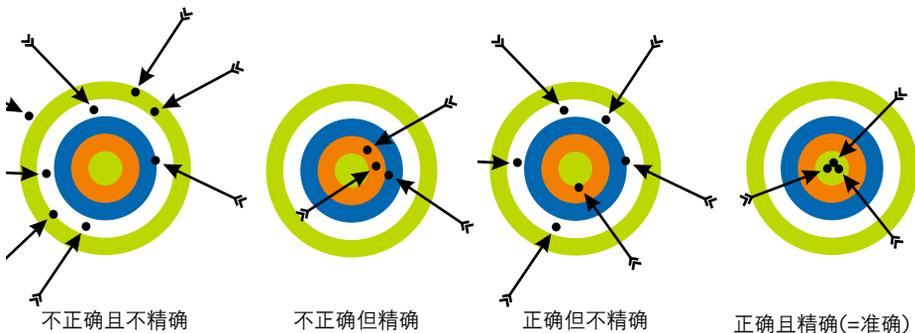
卤素水分测定仪是一款具有客户友好界面的测定仪器，能够快速、简单地测定样品水分含量。贸易或企业内部通常对物质水分含量的测定方法有相关法规要求和标准，参考方法通常为烘箱法和卡尔费休滴定法。

在此情况下，目的是采用卤素水分测定仪获得与参考方法相同的测定结果(或了解与参考值的偏差，及其偏差的重现性)。为此，必须进行仪器的参数设置，例如：干燥温度、升温程序(参见3.1“测定原理”)、样品质量及样品处理。通过上述参数描述测定方法被称为“测定方法开发”，相同测定方法可用于不同物质的测定。

以下章节描述了如何进行测定方法开发的原理，并向您介绍如何处理特殊样品的方法信息，从而获得准确的测定结果。

可能您没有采用参考方法，因此也就没有参考值。在这种情况下进行测定方法开发的目的，是获得可重现性(精确性)的测定结果，以此评估样品质量。

您可通过三方面对测定过程进行优化：正确性、精确性(重复性)以及速度。此图表用于解释术语：正确性、准确性和精确性。



### 3.3.1 测定方法开发

- 请注意章节“3.2仪器安装”里所述的基本要求。
- 我们推荐在短时间内进行测定方法开发，以确保样品不会发生变化，避免影响测定结果。
- 最好在水分测定仪的放置位置进行测定方法开发。
- 采用与参考方法(通常为烘箱法)相同的取样方式和样品处理。
- 请注意如何处理样品(参见3.2.4“样品处理”)。

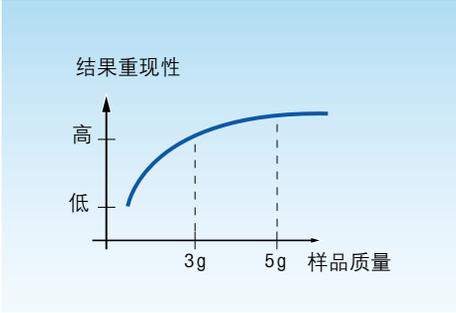
#### 1. 首次测定：达到参考值

查看梅特勒-托利多专为水分测定仪而开发的测定方法集，向您提供初始测定的可能恰当的设置。

- 您可能已有对相似样品的测定方法了？
- 请参考梅特勒-托利多包含众多测定方法的应用方法数据库。

► [www.mt.com/moisture-methods](http://www.mt.com/moisture-methods)

如果您找到了相似样品的测定方法，可使用该测定方法对您的样品进行初始测定。如果没有找到，请进行以下基本设置：

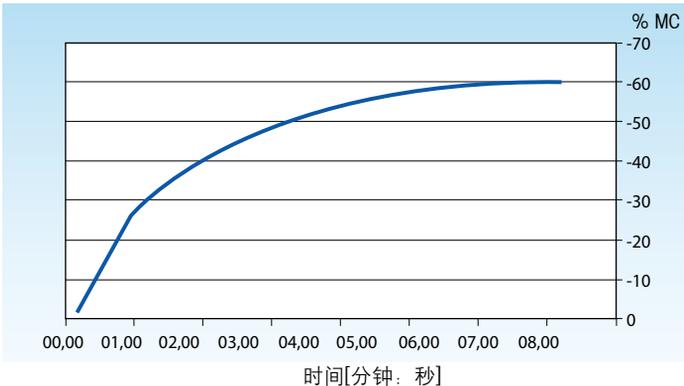


- 标准升温程序
- 干燥温度：
  - 1) 烘箱法温度
  - 2) 如果不知烘箱法温度，则：
    - 有机(温度敏感)样品：105°C，
    - 无机(非温度敏感)样品：150°C
- 关机模式3(1mg/50s)
- 3-5g样品量(均匀分布于样品盘)

进行首次测定，并记录测定趋向。

提示：参考3.3.2“特殊样品”的特殊样品说明(例如：液体)以及3.2.4“样品处理”的安全声明。

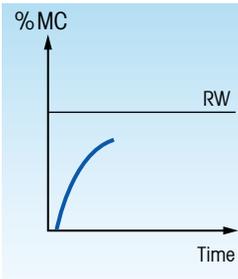
提示：您无需将结果输入表格以获得干燥曲线，可使用软件(例如：LabX direct moisture)将测定中的水分结果传输至电脑，并通过结果数据直接显示干燥曲线。



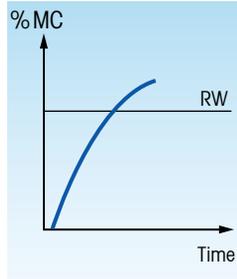
## 2. 干燥特性的分析

- 样品观察与评估：严重褪色或融化说明您选择的温度过高。
- 读取测定结果，观察干燥曲线，评估干燥性能。

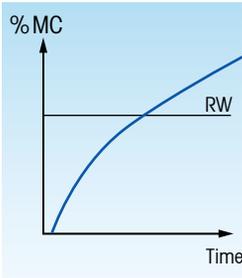
RW = 参考值



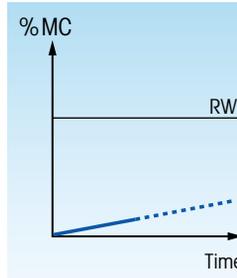
结果低于参考值：提高温度。



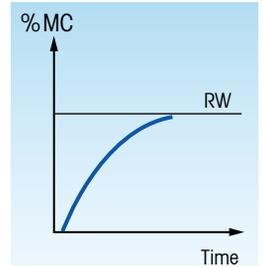
结果超过参考值：降低温度。



水分测定未中断。由于发生分解反应，所以没有达到关机模式：降低温度。



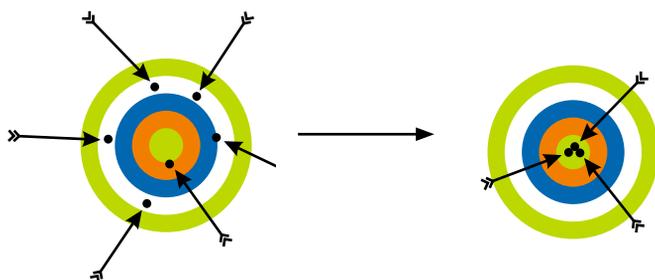
没有达到关机模式。因没有水分挥发或挥发极缓，故测定被用户中断：提高温度。



调整温度，直至达到参考值(正确性)。

例如：通过三次测定过程，计算平均值和标准偏差，以此检查重复性。

### 3. 优化精确性



- 增加样品量，特别是低水分含量样品。
- 优化取样方式和样品处理，尤其需要保证样品的均质性和均匀分布性。
- 采用更高级别的关机模式4(1mg/90s)或5(1mg/140s)。

### 4. 优化速度

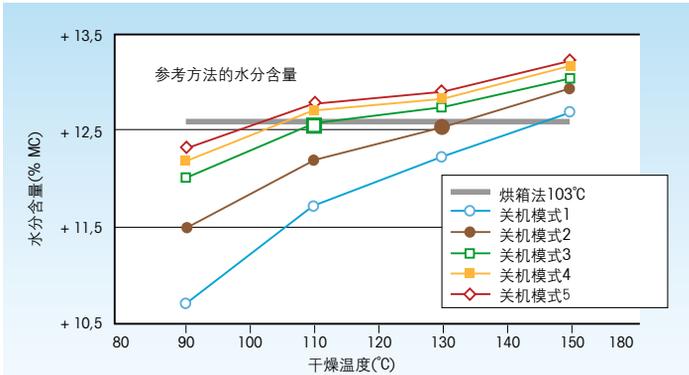
以下信息将帮助您更快地获得测定结果，但是所述的因素可能对测定结果的精确性会造成影响：

- 减少样品量。
- 增加样品的表面积。
- 如果水分含量高于30%，使用快速升温程序。
- 使用HR83的阶梯升温程序替代快速升温程序，其优点在于您可根据需要选择干燥温度和干燥时段。

### 试验性测定

高端水分测定仪HG63和HR83可提供试验性测定功能和自动测定方法开发功能(AutoMet)(仅HR83)，这些辅助功能可帮您找到适合的关机模式。选择干燥温度和样品量，

进行试验性测定。打印报告显示达到每个关机模式的时间和测定结果。如果在不同温度进行试验性测定，可确定达到参考值时指定温度的关机模式(参见图表)。



这里以面粉为例，取4个不同温度进行试验性测定，并将关机模式处的测定结果与干燥温度进行比较，以达到烘箱法在103°C的参考值。从图中可以清楚地看出，90°C太低，而150°C又太高。五条曲线与参考线的相交点显示了可能的温度和关机模式的组合设置。可能的设置为：110°C和关机模式3，或者130°C和关机模式2，关机模式3和关机模式4通常可以获得可重复的测定结果。当时间因素比重复性更加重要时，才可选择关机模式2。



## 自动测定方法开发功能(AutoMet)(仅HR83)

自动测定方法开发功能(AutoMet)是试验性测定的进一步发展。您只需使用“Target”目标按键输入参考值，仪器即可自动确定指定温度的关机模式，在该关机模式下，测定结果与参考值为最佳匹配，这就是自由关机模式“F”。只有当干燥趋势满足您所需要的精确水分测定情况时，自动测定方法开发功能(AutoMet)才建议关机模式“F”，因此关机模式“F”的范围被限制在1mg/20秒~1mg/180秒之间。

提示：由于相同温度下的干燥趋势可能会略有不同(样品分布、样品量)，需重复进行AutoMet试验性测定，将计算出的平均值保存为指定方法关机模式“F”。

注：如果已经达到目标值，但是关机模式超出1mg/20-180秒，说明您没有选择最优的温度；如果“F”低于1mg/20秒，需降低温度；如果“F”高于1mg/180秒，采用关机模式“5”可获得良好的相似值，或者最好升高干燥温度。如果没有达到目标值，升高干燥温度可能会获得满意的测定结果。

### 3.3.2 特殊样品

某些样品需要进行特殊处理，以获得快速、准确的水分测定。本章介绍如何处理这些样品，从而优化水分含量测定的相关信息。

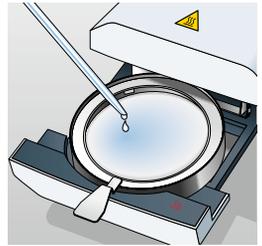
#### 糊状、含脂类和融化类样品

- 使用玻璃纤维盘来增加样品表面积。
- 将玻璃纤维盘与样品盘一起去皮，然后将样品放入盘内。

使物质内的液体均匀渗透至整个玻璃纤维盘，增加样品表面积，使水分快速、直接及完全地挥发。

#### 液体和极潮湿样品

- 使用玻璃纤维盘。
- 将玻璃纤维盘和样品盘一起去皮，然后将样品放入盘内。
- 快速升温程序适合于水分含量很高(> 30%)的样品，启动后温度超过所设温度40%，并保持3分钟，以加速测定过程。
- 阶梯升温程序(仅HR83)可作为快速升温程序的替代方法。该方法可以自由选择干燥温度和干燥时段。



由于表面张力的作用，液体样品通常会在样品盘上形成液滴，使得水分只能在有限的液体表面积上进行挥发，阻碍了快速干燥过程。使用玻璃纤维盘将样品分布在较大面积区域，可使测定时间缩短一半，并且获得更好的重复性。

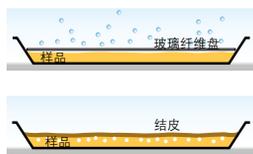
## MC<1%

### 具有极低水分含量的样品

- 使用足够样品量(例如：20-30g)。
- 如果水分挥发极慢，使用关机模式5(1mg/140s)。
- 使用高分辨率(0.1mg)(仅HR83)。
- 使用待机温度(仅HR83)。
- 在待机温度下对样品盘预热1分钟，然后去皮，这可大大提高测定结果的重复性。

### 结皮及温度敏感样品

- 使用缓慢升温程序
- 使用玻璃纤维盘(将玻璃纤维盘与样品盘一起去皮，然后将玻璃纤维盘覆盖于样品上)。



这意味着样品被玻璃纤维盘覆盖，免受红外辐射的直接照射，避免样品燃烧，使得加热更为柔和。缓慢升温程序(缓慢加热到目标温度)增加了这种效果。由于结皮样品所形成的皮/壳会削弱水分的挥发，故我们推荐使用缓慢升温程序。通过采用玻璃纤维盘和缓慢干燥程序，可避免样品结皮/壳。

---

## 含糖样品

- 使用适中温度，含有高糖分的样品表面会熔化而变成焦糖(约大于110°C)，阻碍水分的挥发。
- 使用缓慢升温程序。
- 对薄层样品进行测定。

## 含有高挥发性组分样品

- 使用手动样品室运行模式。
- 如有必要，采用缓慢升温程序。
- 如果挥发物有毒，需进行风险分析并在通风橱内进行操作。
- 如果样品或挥发物高度易燃，需进行风险分析。如有必要，请勿使用卤素水分测定仪进行干燥。
- 将样品工艺过程标准化(测定前的称量时间应始终保持相同)，以提高结果重复性。

含有溶剂的高挥发性样品(请注意安全信息，参见3.2.4“样品处理”)可能会在干燥前就有质量损失，这将导致测定结果失真，因此样品应采用相同方式进行操作(例如：操作速度)，尽可能降低结果偏差。

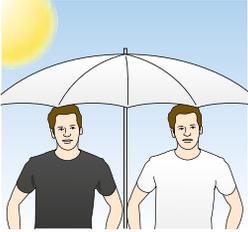
由于快速加热，因此样品的快速挥发可导致在样品盘下形成冷凝，使用手动样品室运行模式或缓慢升温程序可降低冷凝程度，并防止高挥发样品的浓度过高。



### 体积较大或膨胀样品

- 对于体积较大样品使用网罩样品盘(HA-CAGE)

膨胀或者体积较大的样品(例如: 纺织品), 由于会缠绕在卤素水分测定仪的周围部件上, 故可能会产生不正确的测定结果。我们推荐使用网罩样品盘(HA-CAGE)进行干燥。



### 颜色不均匀样品

- 使用玻璃纤维盘覆盖样品。

由于不同的吸热性能, 样品不同区域的升温程度也会有所不同。玻璃纤维盘可确保其均匀加热。

### 塑料粒子

- 高分辨率(0.1mg,仅HR83)
- 待机温度(100°C)
- 阶梯升温程序(第1阶段: 5分钟, 第2阶段: 0分钟)
- 关机模式5
- 30g样品量
- 在待机温度下将铝箔样品盘加热1分钟, 然后去皮。

塑料粒子进行加工工艺(例如: 注塑工艺)时, 通常需要较低的水分含量(例如: 0.1%), 因此需要30g样品量来获得较好的重复性。由于塑料的水分挥发极慢, 故采用

---

阶梯升温程序。第一阶段样品在不激活关机模式状态下加热5分钟。第二阶段不需要，因此时间设置为0分钟。只有当前两个步骤完成时，才启动关机模式，因此使用阶梯升温程序可避免测定过早结束。

### 3.4 方法验证

如果您需要验证卤素水分测定仪可以提供与参考方法相近的测定结果，以下信息将对您非常有用。下面以乙基纤维素为例进行验证，验证需求可能根据相关行业而有所不同。

- 1) 通过进行测定方法开发和参数确定，可获得正确的样品水分含量。换言之，您所获得的正确且精确的测定结果，是参照于参考方法(烘箱法)的。

	烘箱法, 符合美国药典/欧洲药典	卤素水分测定仪 HR83
样品质量	1 g	1 g
干燥温度	105°C	105°C
升温程序	-	标准升温程序
关机模式	-	5
水分含量		
平均值(n = 6)	1.68%	1.68%
标准偏差	0.01%	0.03%

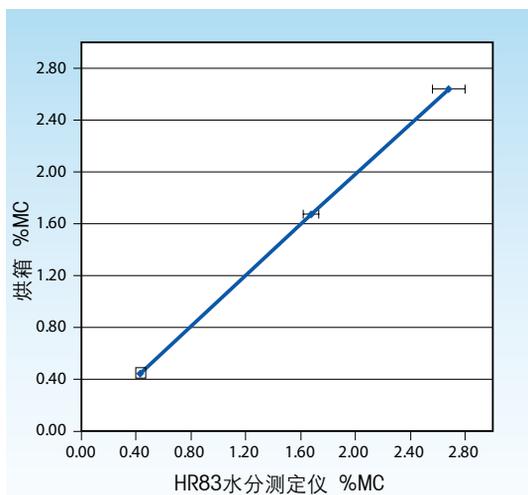
- 2) 观察指定范围的线性。

这里，您想证明，即使物质具有与测定方法开发不同的水分含量时，卤素水分测定仪仍可提供与参考法相近的结果。

为此，以一个样品的两个水分含量为例，将一部分乙基纤维素样品干燥到0.4%，另一部分样品加湿到2.6%。

现在，采用参考方法和由卤素水分测定仪开发的方法来测定两种不同条件的样品水分含量。计算两个测定过程的平均值和标准偏差，并评估结果是否在规定的允差范围内。您可做出以下图表。

验证图表清楚的显示：HR83获得与烘箱法非常相近的水分测定结果，而测定速度却提高10倍。



### 3.5 应用举例

表格(下面将做详细解释)显示卤素水分测定仪应用于各典型行业所选择的方法，如制药、食品和塑料。您可以通过在线应用数据库查询更多梅特勒-托利多的测定方法。

► [www.mt.com/moisture-methods](http://www.mt.com/moisture-methods)

#### 参考方法

	参考方法	样品处理	干燥过程	样品质量[g]	干燥温度[°C]	平均值[MC %]	标准偏差	测定时间[min]
<b>制药</b>								
乙基纤维素	TS	8	a	1	105	1.68	0.01	120
玉米淀粉	TS	8	b	1	130	11.47	0.05	90
胶质	TS	8	b	1	105	11.57	0.03	120
胶质, 优化时间	TS	8	b	1	105	11.57	0.03	120
<b>食品</b>								
苹果汁	TS	9	a	10	103	88.94	0.05	180
黄油	TS	10	a	2	102	15.13	0.07	240
牛肉	TS	11	a	5	102	74.95	0.02	240
大米	TS	12	a	5	131	11.29	0.10	90
可可粉	TS	13	a	5	102	3.02	0.01	240
薯片	TS	14	a	5	102	1.03	0.01	240
低脂奶酪	TS	15	a	2.5	102	84.17	0.22	240
<b>塑料</b>								
PA66	KF	16	c	1	190	0.2024	0.007	40
PET	KF	16	c	2	180	0.0501	0.001	40
ABS	KF	16	c	1	170	0.2416	0.001	40

TS: 烘箱法    KF: 卡尔费休滴定法

您需核对以下信息，以确保符合您的需求。应用举例的实际使用不在梅特勒-托利多的控制范围内，故梅特勒-托利多对于方法的使用不承担任何责任，请务必遵守安全和警告信息。

## 卤素水分测定仪法

卤素水分测定仪法	样品处理	样品质量[g]	升温程序	干燥温度[°C]	关机模式	平均值[MC %]	标准偏差	测定时间[min]
HR83	1	1	STD	105	5	1.68	0.03	6
HR83	1	3	STD	130	5	11.81	0.05	8
HR83	1	4	STD	105	5	11.37	0.06	30
HR83	1	4	R	130	3	11.63	0.07	8
HB43	2	2	R	130	3	88.86	0.05	5
HB43	3	3	STD	110	3	15.11	0.09	5
HB43	4	3	STD	150	3	75.04	0.10	15
HB43	5	5	STD	150	3	11.34	0.08	15
HB43	1	1	STD	100	3	3.05	0.06	4
HB43	6	5	STD	135	3	1.06	0.03	6
HB43	1	2.5	R	130	3	84.17	0.05	15
HR83	7	30	ST	160	5	0.204	0.002	20
HR83	7	30	ST	160	5	0.048	0.002	9
HR83	7	30	ST	130	5	0.243	0.003	19

R: 快速升温程序; STD: 标准升温程序; ST: 阶梯升温程序

---

## 上表对照

---

### 水分测定仪的样品处理

- 1 混合样品，用抹刀将样品均匀分布至样品盘上。
- 2 混合样品，将样品通过吸管均匀分布至玻璃纤维盘上。
- 3 将样品加热到室温，并均匀分布至样品盘上。
- 4 将样品均质化并混合，用抹刀将样品均匀分布至玻璃纤维盘上，再覆盖一个玻璃纤维盘，并轻轻往下压。
- 5 粉碎样品并混合，用抹刀将样品均匀分布至样品盘上。
- 6 用研钵粉碎样品，用抹刀将样品均匀分布至样品盘上。
- 7 混合样品，并均匀分布至样品盘上。采用阶梯升温程序：在第一干燥温度加热5分钟，第二干燥温度加热0分钟，最后在第三干燥温度加热。

---

### 参考方法的样品处理

- 8 称量称量瓶(在烘箱干燥1小时，然后冷却)，将样品均匀分布于称量瓶内，称量，然后放入烘箱。
- 9 将由10g石英砂覆盖的干燥金属盘(约8cm)、玻璃搅拌器和盖子放入烘箱(103°C, 30min)，然后在干燥器内冷却、称量。混合样品，用吸管加样，称量，并与石英砂混合，水浴30分钟进行挥发。
- 10 将带盖的金属盘(约5cm)放入烘箱(102°C, 1小时)，然后在干燥器内冷却，并称量。将样品加热至室温，混合样品，加样，称量。

- 
- 11 将由20g石英砂覆盖的称量容器、玻璃搅拌器和盖子放入烘箱(102℃, 1小时), 然后在干燥器内冷却、称量。将样品均质化, 混合, 加样, 称量, 并与石英砂混合。
  - 12 将带盖的称量容器放入烘箱(131℃, 1小时), 然后在干燥器内冷却、称量。样品粉碎, 混合, 加样, 称量。
  - 13 将带盖的称量容器放入烘箱(103℃, 1小时), 然后在干燥器内冷却、称量。样品混合, 加样, 称量。
  - 14 将带盖的称量容器放入烘箱(102℃, 1小时), 然后在干燥器里冷却、称量。用研钵粉碎样品, 混合, 加样, 称量。
  - 15 将由10g石英砂覆盖的称量容器、玻璃搅拌器和盖子放入烘箱(102℃, 1小时), 然后在干燥器内冷却、称量。样品混合, 加样, 称量, 并与石英砂一起进行研磨。
  - 16 将干燥样品瓶放入烘箱(100℃, 1小时), 然后在干燥器内冷却、称量(去皮)。加样, 并密封样品瓶。

---

## 干燥过程

- a 将样品放入烘箱, 并按照规定时间进行干燥, 然后将称量瓶放入干燥器内冷却到室温, 并进行称量。
- b 将样品放入烘箱, 并按照规定时间进行干燥, 然后将称量瓶放入干燥器内冷却到室温, 并进行称量。重复此操作, 直到获得恒重。
- c 样品水分挥发至烘箱内, 由氮气气流定期转移到滴定单元里。

## 4. 多种水分测定技术概要

测定水分含量已有多种不同测定方法，以下表格选择介绍了一些典型的测定技术及其优缺点。

	烘箱法*	红外干燥法	卤素干燥法*	微波干燥法
<b>工艺过程</b>	热失重分析法	热失重分析法	热失重分析法	热失重分析法
<b>测定方法</b>	通过空气对流进行加热，测定干燥前、后的样品质量。	通过吸收金属辐射体发出的红外辐射进行加热，在干燥过程中，连续测定样品质量。	通过吸收卤素辐射体发出的红外辐射进行加热，在干燥过程中，连续测定样品质量。	通过吸收微波进行加热。测定干燥前、后的样品质量。
<b>优点</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 参考方法</li> <li>● 样品受热均匀</li> <li>● 相同时间可以测定多个样品</li> <li>● 可进行大量样品分析</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 较短的测定时间[174](通常为5-15分钟)</li> <li>● 可进行大量样品分析</li> <li>● 操作简单</li> <li>● 仪器结构紧凑</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 良好的温度控制</li> <li>● 样品受热均匀</li> <li>● 卓越的冷却/升温性能</li> <li>● 快速测定(通常为3-10分钟)</li> <li>● 可进行大量样品分析</li> <li>● 操作简单</li> <li>● 仪器结构紧凑</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 非常快速(通常为2-5分钟)</li> <li>● 可进行大量样品分析</li> </ul>
<b>缺点</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 较长的测定时间(数小时)</li> <li>● 除水之外的其他物质也可能挥发</li> <li>● 由于需要高水平的操作，故容易引起误差</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 除水之外的其他物质也可能挥发</li> <li>● 控制困难</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 除水之外的其他物质也可能挥发</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 不适合极低水分含量物质的测定</li> <li>● 中等温度控制</li> <li>● 除水之外的其他物质也可能挥发</li> </ul>

卡尔费休滴定法*	电石法	微波光谱法	红外光谱法	折射法*
化学方法	化学方法	光谱法	光谱法	光学法
用碘进行滴定，并与水发生反应。碘的消耗量与样品水分含量是成比例的。	释放水中的氢。氢体积与水体积成比例，可以通过压力变化或氢电极进行测定。	通过吸收/反射微波辐射进行测定。	通过吸收/反射红外辐射进行测定。	通过折射率进行测定。
<ul style="list-style-type: none"> <li>● 参考方法</li> <li>● 水选择性测定</li> <li>● 适合于极低水分含量</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 水选择性测定</li> <li>● 测定时间较快 (15-30分钟)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 极短的测定时间 (小于1分钟)</li> <li>● 可在线测定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 极短的测定时间 (小于1分钟)</li> <li>● 可在线测定</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 快速测定过程</li> <li>● 易于操作</li> <li>● 可移动使用</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>● 需要试剂和实验室</li> <li>● 湿化学工艺(需由经过培训的专业人员操作)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 容易产生错误操作</li> <li>● 需要试剂</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 需对每一个具体物质进行校准</li> <li>● 干扰因素：体积密度和颗粒大小</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 需对每一个具体物质进行校准</li> <li>● 仅能测定表面水分</li> <li>● 干扰因素：温度和颗粒大小</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 仅适用于少数物质(例如：糖溶液)</li> </ul>

\*梅特勒-托利多可提供相关产品。

## 5. 技术术语

**水分(水分含量):** 在热失重分析过程中, 物质的水分含量包括样品中所有经加热挥发并导致样品质量减少的部分。除水之外, 还可能包括酒精和分解物质。当使用热失重分析测定法时(红外、卤素、微波或烘箱), 水和高挥发性组分是区分不开的。

**固体含量:** 固体占固/液混合物总量的比例。

### **热失重分析法/热失重分析水分测定法:**

热失重分析法是称量-烘干法, 即将样品进行干燥, 直到质量达到恒定(或达到规定时间)。质量变化解释为脱去的水分。

注: 如果物质含有除水之外的其他挥发性组分, 则测定结果不可描述为水的含量。但如果您想知道样品的水的含量(例如: 使用水选择性测定的卡尔费休滴定法测出的结果)。

**参考方法:** 用于确定水分含量的测定方法, 并可实现(法规)标准的可追溯性。通过使用参考工艺, 可以测定不同组份(水、其他挥发性物质)。

**烘箱法:** 使用热失重分析法测定样品水分含量。将样品放入烘箱内, 在恒温下, 在规定的时间内进行加热, 根据干燥前后的差重, 确定水分含量百分比。由于历史原因, 该方法常常部分存在于有关立法中(食品法规, USP<sup>1)</sup>等)。

**干燥等级:** 假定样品的初始质量保持相同, 规定单位时间内的样品失重量( $\Delta$  g)即为样品干燥等级(关机模式)。

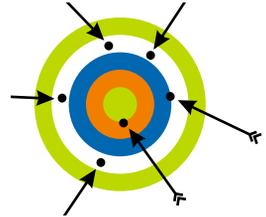
<sup>1)</sup> USP美国药典: 干燥失重[USP<731>]

**测定方法：**描述如何取得正确测定结果的方法。方法包括所有规定步骤，例如：仪器设置、测定参数设置、样品处理。

**红外(辐射)：**红外线是电磁光谱里在可见光(380-780 nm)之后发出的电磁波(780nm-1mm)。人类无法看到红外线，但却可以感知到热量。

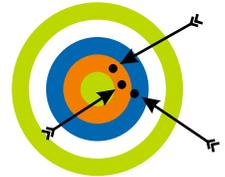
**正确性：**作为对称量结果系统偏差进行评定的定性术语。一系列测定值的预测值(平均值)与真实值之间一致性的接近程度([ISO<sup>2)</sup> 5725] 3.7)。

注：只有当存在多个测定值和一个获得认可的正确参考值时，方可对正确性进行评估。



**精确性：**作为对测定结果平均偏差进行评定的定性术语。在规定的条件下所获得独立测定值之间一致性的接近程度([ISO<sup>2)</sup> 5725] 3.1.2)。

精确性仅取决于随机误差的分布，与测定变量的实际值(准确性)无关。



示例：测定仪器提供的测定值的能力很少会有偏离。

注：仅需几个测定值，即可进行精确度评估。

**重复性：**在相同的测定条件下，天平对相同标准样品量进行反复测定时提供相同结果能力的基准。

必须由同一名操作人员使用相同测定方法在相同支架(样品盘)的相同位置、相同的仪器安装位置、恒定的环境条件下不间断的进行一系列测定。一系列测定的标准偏差

<sup>2)</sup> ISO国际标准化组织

是表达重复性的测定方式。重复性不仅仅取决于水分测定仪性能，还受环境条件(气流、温度变化、振动)、样品及样品处理的影响。

平均值：

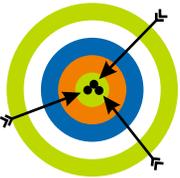
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

$x_i$  = 这一系列测定的第*i*次测定结果

$n$ : 测定次数，通常为10

这一标准偏差用作重复性基准。

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$



**准确性：** 作为测定结果与参考值近似程度的定性术语。根据定义或协议[DIN<sup>3)</sup> 55350-13]，参考值可作为正确值或预测值。

重复测定中的准确性要求具有正确性和精密性，这不适用于独立测量。

**重现性：** 即使在不同条件(指定)下依照下列内容进行单独测定时，相同测定变量的测定值之间的近似程度：

- 测定过程
- 观察员
- 测定仪器
- 测定位置
- 使用条件
- 时间

<sup>3)</sup> DIN德国标准化学会

**认证(仪器认证):** 检查和记录所用仪器和技术是否满足预期任务。仪器认证(EQ)包括以下内容: 设计认证(DQ)、安装认证(IQ)、操作认证(OQ)、性能认证(PQ)和维护认证(MQ)。

**设计认证(DQ):** 仪器参数规格要求的定义以及决策过程的文件记录。

**安装认证(IQ):** 确保并记录交付使用的仪器及仪器安装符合规定要求, 并证实此环境适合仪器的操作。

**操作认证(OQ):** 记录仪器的功能性符合规定要求。

**性能认证(PQ):** 记录仪器满足日常操作的需求和规定。

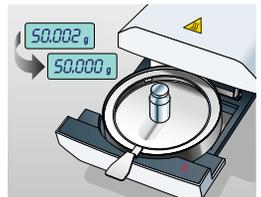
**维护认证(MQ):** 描述并记录关于计划维护、定期校准、仪器保养和用户培训的所有测试。

**验证:** 提供能够显示仪器(或测定方法)预测结果的证据和记录。

**校准(测试):** 在无改变的指定测定条件下(校正), 确定测定值与测定变量真实值之间的偏差。



**校正:** 对测定仪器进行调整获得正确测定: 首先记录测定值和真实值之间的偏差(校准), 并进行修正。



## 6. 选配件



HB43-S / HG63 / HR83	订货号	备注
<b>样品处理 (Ø 90mm)</b>		
铝箔样品盘HA-D90	00013865	每盒80个
铝箔样品盘HA-D90/C	12200527	每盒50个
专用坚韧铝制样品盘	11113863	每盒80个
可重复使用样品盘HA-DR1(不锈钢, 高6mm)	00214462	每盒3个
可重复使用样品盘HA-DR1(不锈钢, 高15mm)	00013954	1个
网罩样品盘HA-CAGE(适用于蓬松样品的镀金金属网罩)	00214695	1个
样品盘取样器HA-PH	00214526	每盒3个
玻璃纤维盘HA-F1	00214464	每盒100个
<b>打印机</b>		
HA-P43 (HR83, HG63)	00214456	
RS-P25 (HB43-S)	11124310-CN	
普通打印卷纸	12120799	每盒2卷
自粘贴打印卷纸	11600388	每盒1卷
打印机色带, 黑色	12120798	每盒1条
<b>质量管理</b>		
温度校正部件HA-TCC, 具有校准证书	00214528	40°C~200°C
校正砝码50g (F1级)	11119530	
校正砝码20g (F1级)(HB43-S)	11119529	
镊子	11116540	
<b>其他</b>		
键盘保护罩(HG63/HR83)	00214533	每盒2套
键盘保护罩(HB43-S)	11113363	每盒2套
条形码读取器	21901297	MT Heron-G D130
电缆LC-RS9 (RS232/9-针)	00229065	
电缆RS 9m-9个	12122603	1m



**梅特勒-托利多**  
**METTLER TOLEDO**

**实验室/过程检测/产品检测设备**

地址：上海市桂平路589号  
邮编：200233  
电话：021-64850435  
传真：021-64853351  
E-mail: ad@mt.com

**工业/商用衡器及系统**

地址：江苏省常州市新北区太湖西路111号  
邮编：213125  
电话：0519-86642040  
传真：0519-86641991  
E-mail: ad@mt.com



**西安分公司** 电话：029-87203500  
传真：029-87203501

**杭州分公司** 电话：0571-85271808  
传真：0571-85271858

**北京分公司** 电话：010-58523688  
传真：010-58523699

**广州分公司** 电话：020-38886621  
传真：020-38886975

**厦门分公司** 电话：0592-2070609  
传真：0592-2072086

**天津分公司** 电话：022-23268844  
传真：022-23268484

**昆明办事处** 电话：0871-3156835  
传真：0871-3154843

**长沙办事处** 电话：0731-82280150  
传真：0731-82280170

**成都分公司** 电话：028-87711295  
传真：028-87711294

**青岛办事处** 电话：0532-85768231  
传真：0532-85766382

**南京办事处** 电话：025-86898266  
传真：025-86898267

**郑州办事处** 电话：0371-65628818  
传真：0371-65629020

**长春办事处** 电话：0431-88963162  
传真：0431-88964307

**济南办事处** 电话：0531-86027658  
传真：0531-86027656

**乌鲁木齐分公司** 电话：0991-3736253  
传真：0991-3719404

[www.mt.com](http://www.mt.com)

更多信息



梅特勒-托利多始终致力于其产品功能的改进工作。  
基于该原因，产品的技术规格亦会受到更改。  
如遇上述情况，恕不另行通知。