

瑞士万通701KF 水分测定仪 中文操作手册

(以英文原版手册为准)



METROHM Ltd. CH-9101 Herisau

Switzerland

Internet: [http:// www.metrohm.ch](http://www.metrohm.ch)

701 KF Titrino 目录

一、概述	1
二、什么样的滴定参数是最好的?	2
三、标定操作程序	4
四、键盘说明	4
五、滴定程序	12
六、计算	13
七、准备工作	19
八、附录	25

一、概述

仪器的前视图:

1. 交换设备

2. 显示

3. 调节灯

在调节过程中, 当滴定池干燥时, 灯一直亮着。

在调节进行中, 当滴定池潮湿时, 灯不停地闪烁。

4. KF Titrino 的控制键

DOS: 按着 <DOS> 键, 分散过程就一直进行。用于准备交换设备。

STOP / FILL: 一停止操作, 例如: 滴定、调节。

一在执行 <DOS> 准备好交换设备后, 填充命令。

与分离式键盘上的 <STOP> 键作用一致。

START: 开始操作, 例如: 滴定、调节。

与分离式键盘上的 <START> 键作用一致。

5. 显示对比的设置。

6. 在执行 <DOS> 以及随后的填充分散过程中, 对分散速率的控制。

7. 分离式键盘。

仪器的后视图:

8. RS232 接口

用于打印机、天平或计算机的联接。

9. 远程线 (输入 / 输出)

用于样品转换器, 机器人的联接等。

10. KF 电极的联接

11. 分离式键盘的联接

12. 模拟信号输出

用于记录仪的联接。

13. 电源联接

在电源电压受到高频干扰的严重影响时, KF Titrino 仪可以通过附加的主过滤器操作。例如: Metrohm615 模块。

14. 电源开关

15. 接地插座

KF Titrino 仪必须准确而有效地接地, 如果必要的话, 可使用接地插座。

16. 703 滴定座或 649 搅拌器的联接

供电电压: +9 伏 (直流) (电流 < 200 毫安)

17. 额定电源电压的显示

在第一次开机前, 检查额定电源电压是否与供电电压相一致。如果不是, 切断电源电缆, 并改变电压。

18. 调速板

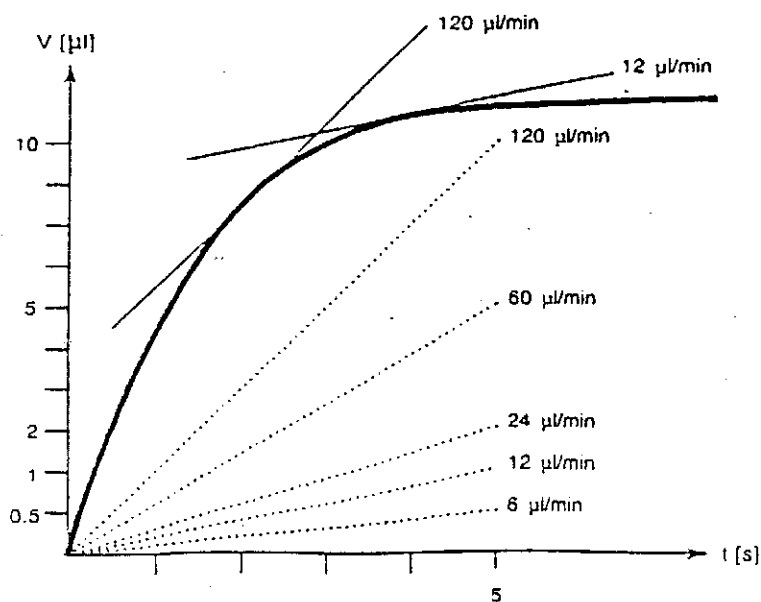
上有制造、系列和仪器号

二、什么样的滴定参数是最好的

701 KF Titrimo 标准装置适于用任何商品化 KF 试剂的标准滴定过程。如果你想通过修改现行的滴定说明而得出一种新的终止标准“漂移终止”, 以下材料对你是有用的。

终止标准的“时间”与“漂移”的关系

终止标准“时间”、 t (延迟时间), 意味着终止点必须超越延迟时间 t 的某一阶段。换句话说, 在最后一次加入分散增量后, 时间一直延续到滴定结束。最后一次分散量的多少依赖于所使用的交换设备的容积 (或最初设置的最小容积增量值)。用一个 20 毫升的交换器, 最小的增量为 2 微升。在一个延迟时间为 5 秒的情况下, 最后的 2 微升 KF 试剂必须满足 5 秒以至更长时间的需要。这样就产生了一个 $< 2 \text{ 微升} / 5 \text{ 秒} = 24 \text{ 微升} / \text{分}$ 的漂移 (漂移可少于 24 微升/分, 因为我们并不知道最后的增量是否满足——例如 10 秒的需要)。如果迄今为止你一直使用 20 毫升的交换设备, 且延迟时间为 5 秒, 你就能把终止漂移固定在 24 微升/分, 以下表格是一些参考值。



最小增量 \ t(延迟时间)	5 秒	10 秒	20 秒
0.5 微升	6 微升 / 分	3 微升 / 分	1.5 微升 / 分
1 微升	12 微升 / 分	6 微升 / 分	3 微升 / 分
2 微升	24 微升 / 分	12 微升 / 分	6 微升 / 分
5 微升	60 微升 / 分	30 微升 / 分	15 微升 / 分
10 微升	120 微升 / 分	60 微升 / 分	30 微升 / 分

相同的 t (延迟时间) 和不同的最小体积增量意味着滴定的不同终止点。但是, 使用终止标准“漂移”, 滴定终点是恒定的。

只要试剂制造商提供所用试剂水容量的详细说明, 对游离水分的测定是不困难的。问题的产生来自特殊的样品模型。有关的文字中包含了许多精辟的分析介绍。我们将在以下的表格中给你更多的仪器方面的解决办法。

如果...我们该做些什么

问 题	可能的原因及解决办法
在结束段分散过长和增量太少 “永不停止”	一提高“最小体积增量”, 例如1微升用于5毫升交换设备, 5微升用于10毫升和20毫升交换设备。 一改变终止标准。例如: 终止漂移 = 50微升 / 分或延迟时间 = 5秒。
在滴定终点增量太大 “过分浪费”。	一降低“最大速率”, 以下实验提供给你一个适宜的最大速率的参考点: 在调节过程中显示漂移, 并在滴定开始前加入样品, 选择最大漂移以下的某值作为“最大速率”。 一通过改变指示系统的工作点来改变终止点。 一合理地设置电极和滴定头来改善搅拌。
在滴定终点溶液变成深棕色	一在溶剂中, 甲醇含量过少。改变溶剂。 一通过改变指示系统的工作点来改变终止点。 一电极可能会被涂复, 可用丙酮洗去。
在每次滴定中, 溶液越来越黑。	一换溶剂。 一电极可能会被涂复, 可用丙酮洗去。

问 题	可能的原因及解决办法
每次滴定中, 漂移增加	—你的样品使水变粘了吗? 使用 KF 烤箱。 —样品中的酸酯化了吗? 频繁地改变溶液, 提高溶剂的缓冲能力。 —你的样品中, 包含酮类或醛类吗? 对醛、酮使用特殊的溶剂。
到达终点过快	—降低最大速率。 —通过改变指示系统的工作点来改变终止点。见18页。
滴定时间越来越长	—用二组分试剂。溶剂的缓冲容量可被耗尽。改变溶液。使用 KF 试剂容积计数器监测缓冲容量。 —如果漂移同时增加。观察漂移增加处。

三、标定操作程序

1. 先按 <mode> 键, 俟有 "TITER determination with H₂O or std" 显示时, 再按 <enter> 键, 显示出 "Titer".
2. 按 <parameters> 键, 设定滴定参数 (参照parameters键的说明部分)。
3. 按 <calc data> 键, 设定计算值, 如样品量或平均值 (参照calc data键说明部分)。
4. 按 <START> 键, 显示出 "Wait", 准备纯水10mg, 俟条件控制灯不再闪烁时, 按 <START> 键, 将 10mg 纯水注入滴定杯中, 以键盘输入样品 0.01g, 按 <enter> 键即可自动滴定。
5. 测定完毕时, 将自动显示出结果。如接有印表机时, 结果亦将自动列印。

四、键盘说明

701 KF Titrimo

设定功能及参数, 可使用 <configuration> <parameters> 或 <calc data> 键, 在屏幕上显示所需项目。有 ">" 号的项目代表一功能组, 如: [>KF device settings]h。有 ":" 号者表示仅允许用 <select> 键选择内定之项目或数值, 无此记号者, 可使用数字键及 <enter> 键输入数值。

<configuration>: 功能设定键

<parameters>: 参数设定及选择键

<calc data>: 计算项目选择键

(上述三键均为循环式按键)

<drift>: 供漂移率显示之ON/OFF

<unit>: ——选择标定结果的单位

——选择样品大小的单位

<select>: ——选择一内定数值 (显示有“:”号者)

——result/mean间的转换

<mode>: 工作方式选择键

<print>+key X+<enter>: 列印结果报告或数据

key X 可为 <configuration>、<parameters>、<calc data>或数字键。

<clear>: ——取消一项输入

——选择一特别值, 如: “OFF”

<enter>: ——接受该显示值, 并进入次一项目

——进入有“>”号项目内的各分项目

——完成一命令, 如 <mode> <enter>

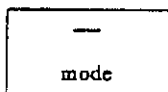
<STOP>: 停止现行操作, 如条件控制中、滴定中等, 仪器回至待机状态。

<QUIT>: ——跳出现行项目, 进入次一上层项目。

——中止列印

<START>: 开始一项操作, 如条件控制中、滴定中等。

1. 工作方式选择



重复按 <mode> 键有下列工作方式依序出现, 使用 <enter> 键选定所需者。

1. KFT——水份滴定

2. TITER determination with H_2O ——使用纯水标定

3. TITER determination with $Ma_2Tart \cdot 2H_2O$ ——使用酒石酸钠

标定

4. BLANK determination—空白标定

2. 功能设定

configu-
ration

此键用以输入有关数据, 所有工作方式均选用. 有“* cond.”注记的项目, 许在 conditioning (干燥处理) 过程中输入. 重复按 <configuration> 键, 可依序显示相关的功能组, 使用 <enter> 键可进入该组内各分项目.

> KF device settings

水份滴定的相关设定:

limit KF reag. OFF

设定试药供给量(0---999ml, OFF), 可监视
——试药供给量
——使用二成份式试药时溶剂的缓衡能力
按 <clear> 键时, 则设定为“OFF”

actual KF reag. 0ml

目前试药消耗量(0---999ml)

polarizer: I(pol)

选择极化方式: I(pol)—水份滴定
U(pol)—溴化价

I(pol) 50 μ A

极化电流(-127---127 μ A)

EP 250mV

终点电压(-1500---1500mV)

* cond.

U(pol) 500mV

极化电压(-1270---1270mV)

EP 25 μ A

终点电流(-150---150 μ A)

* cond.

filling rate max

设定滴定后的添加速率(0.01---150ml/min, max), 按 <clear> 键时, 自动设定为“max”, 最大速率依试药交换瓶(exchange Unit)大小而定:

Exchange Unit	max
5ml	15ml/min
10ml	30ml/min
20ml	60ml/min
50ml	150ml/min

> RS232 settings	RS232界面的设定:
band rate: 9600	选择传输速率(300、600、1200、2400、4800、9600)
data bit: 8	选择资料位元数(7、8)
stop bit: 1	选择停止令位元数(1、2)
parity: none	选择同位位元(even、odd、none)
handshake: HWs	选择交换连系方式(HWs、HWf、SWline、SWchar、none)
RS control: ON	选择是否经由RS232界面控制(OFF、ON)。设“OFF”则RS232界面将阻止数据输入,但仍可输出。
> periphoral unita	周边设备的设定:
send to: IBM	选择印表机(Epson、Seiko、IBM)
balance: Sartorius	选择天平(Sartorius、Mettler、AND、Precisa)
record: V vs. t	选择列印曲线形式: V vs. t=容积-时间曲线 dV / dt vs. t=量差-时间曲线 U vs. t=电位-时间曲线
> auxillaries	其它条件之设定:
dialog: english	选择使用语言: english[英语], deutsch[德语] francais[法语], espanol[西语]
date: 89-11-23	设定日期 (yy-mm-dd, 年-月-日, 个位数前加“0”)
time: 09-13	设定时间 (hh-mm, 时-分, 个位数前加“0”)
rum number 1	设定滴定次数 (0...999, 开机时为0)
electrode test: ON	电极测试 (ON, OFF, 选择“ON”时, 如电极有问题, 则有“check electrode”之警告显示)

display KFR vol:	ON	显示水份滴定剂消耗量(ON, OFF)
device label		设定所用仪器识别标志 (最多为8个ASCII字元)
program	701.0010	显示使用程序的版本 (原如设定, 不能更改)

3. 滴定参数设定

Parameters	此键用以输入决定滴定次序之相关参数, 除有特别注明者外, 可适用于所有工作方式。有“* cond.”注记的数值, 在 conditioning 过程中亦可输入; 有“* * titr”注记者则亦可在滴定中输入。重复按 <parameters> 键, 可依序显示相关的功能组, 按 <enter> 键可进入该组内各分项目。
------------	--

> titration parameters	滴定参数之设定:
extr. time 0s * * titr	萃取时间(-9999---9999s)
stop crit.: drift * * titr	选择滴定停止判定标准(dyift, time)
stop drift $\mu\text{l} / \text{min}$ * * titr	设定滴定停止漂移率(1---999 $\mu\text{l} / \text{min}$)
t(dealy) 10s * * titr	设定滴定停止前所需延时秒数(0---99s)
stop v 99.99ml * * titr	设定停止量(0.00---99.99ml, OFF), 无终点时, 此值为安全滴定量
start stop v 0.00ml * cond.	设定预加量 (0.00---99.99ml) (KFT滴定用), 输入预加量后则有如下显示:
dos. rate max. ml / min * cond.	设定预加量的添加速率(0.01---150ml / min, max), 按 <clear> 键时, 自动设定为“max”, 最大速率依试药交换瓶(Exchange Unit)大小而定:

Exchange Unit	max
5ml	15ml / min
10ml	30ml / min
20ml	60ml / min
50ml	150ml / min

max. rate	max. ml / min
* * titr	

设定最大滴定速率 (0.01--- 150ml / min, max). 按 <clear> 键时, 自动设定为 "max", 最大速率依试药交换瓶(Exchange Unit)大小而定:

Exchange Unit	max
5ml	15ml / min
10ml	30ml / min
20ml	60ml / min
50ml	150ml / min

min. volume incr.	min. μ l
* * titr	

设定滴定最小增加量(0.1---9.9 μ l, min). 按 <clear> 键自动设定为 "min".

Exchange Unit	max	min
5ml	15ml / min	0.5 μ l
10ml	30ml / min	1 μ l
20ml	60ml / min	2 μ l
50ml	150ml / min	5 μ l

> preselections

预选滴定次序及输出资料: 使用 <select> + <enter> 键

conditioning:	ON
---------------	----

将滴定杯内水份做干燥处理(ON, OFF).
设 "ON" 时, 于预备阶段即自动开始将滴定杯干燥处理后开始滴定, 滴定杯于滴定停止后则将再行自动干燥处理. 设 "OFF" 为预备态.

req. ident. :	OFF
---------------	-----

请求输入样品大小(ON, OFF).
如设 "ON", 于滴定开始后可输入样品识别码.

req. smpl size :	ON
------------------	----

请求输入样品识别码(ON, OFF).
如设 "ON", 于滴定开始后可输入样品大小.

report:	OFF
---------	-----

选择滴定结果报告种类(short, full, OFF).

4. 计算用数据

calc data	此键用以输入计算用数值。有“* cond.”注记者可在conditioning中输入，附有“* * titr”者，则在滴定中亦可输入。	
> calculation	计算:	
sampl size: 1.0g * * titr	输入样品重 (6位数字: $\pm \times . \times \times \times \times \times$)。 可用键盘或天平输入。	
ident: * * titr	输入样品识别码 (最多8个ASCII字母)。 可用键盘或天平输入。	
titer: 5mg / ml * cond.	输入水份滴定剂的浓度，如操作标定则自动输入(0.0000---99.9991mg / ml)。	
factor 0.1 * cond.	计算单位转换因数 ($\pm 1\ 000\ 000$)	
divisor 1.0 * cond.	除数 ($\pm 1\ 000\ 000$) 用于转换体积为重量。	
blank 0.0ml * cond.	空白值(0.0000---99.9991ml)	
drift corr. : auto * cond.	漂移率校正(auto, man. OFF)在auto状态下，滴定开始时，漂移率[drift(μ l / min) x time(min)]将自水份滴定剂消耗中减除，在 man.状态下则输入一固定漂移率并自滴定剂消耗量中减除。	
drift value 0.0 μ l / min * cond.	在滴定过程中，如有空气进入滴定杯时，则需漂移率差校正。又当 $\frac{\text{drift} \times \text{titration time}}{\text{KFR volume}}$ 比值大时，亦需做漂移校正。	
> statistics	统计:	

mean n=OFF
* cond.

由n个单一结果计算平均值(2---20, OFF)

res. tab : original
* cond.

将结果列表供统计用(原始值、删除所有值、删除n个值)

原始值: 使用原始列表, 被取消的结果仍用于计算中。

删除所有值: 取消全部列表。

删除n个值: 取消编号为n的结果

delete n=1
* cond.

取消编号n的结果(1---20)。

计算中不包含编号n的结果。

5. 单位

0
unit

此键用以选择

—水份滴定 (KFT工作方式) 结果的单位

—样品大小的单位

使用 <select> 键选择, 以 <enter> 键确认。

result unit : g

选择水份滴定 (KFT工作方式) 结果的单位: g、ppm、mg/ml、g、mg、ml、mg/pa、no unit

result unity gs2

选择小数点的位数(0---9)

显示中“.”号后的数字代表小数点位数, 如不停闪烁时, 提示等待输入, 输入后按 <QUIT> 键跳出。

smpl size unit: g

选择样品大小的单位(g、mg、ml、μl、pc、no unit)

6. 漂移率

8
drift

此键用以ON, OFF漂移率的显示能观察

—滴定杯的状况 (即是否干燥)

—是否需做漂移率校正?

—漂移量的大小

—是否有副反应产生? 样品中是否含有酮或醛类?

—滴定停止漂移率的大小

五、滴定程序

六、计 算

<calc data> 键

cala
data

<calc data> 键用于输入计算所需值。对于样品（样品尺寸及同一性）或某种形式（滴定度、系数、空白值、平均值）来说，值是特定的，且漂移修正适用于各种形式。在输出端，结果总是重新计算的。标记为“* cond.”的值在调节过程中是可存取的，且“* * titr”意味着即使在滴定过程中，这些输入总是可行的。

> calculation

计算

sample size	1.0g
* * titr	

样品尺寸（6位数字：± ×. × × × × ×）

输入样品可用

—手工操作

—通过天平

在滴定过程中，自动需要的样品尺寸可用<calc data>键观察和修改。计算中使用样品尺寸的绝对值。（例如，出现的负号，在回称时可省）

在空白值形式中，无需样品尺寸。

ident
* * titr

样品同一性（直至8位ASCII字符）

样品同一性输入可用：

—手工

—通过天平输入设备

在滴定过程中，自动需要的同一性可用<calc data>键观察和修改。在“空白”形式中，无需同一性。

titer	5mg/ml
* cond.	

滴定度(0.0000---99.9991毫升/毫克)。在滴定度测定方式中，滴定度被自动记录。

只在“KFT”形式中使用。

factor	0.1
* cond.	

系数（± 1 000 000）

在计算分工的分子上。对结果和样品尺寸，系数的输入使用不同的单位。

divisor 1.0 * cond.	除数 (±1 000 000) 在计算公式的分母上。主要用于密度。只在“KFT”形式中使用。
blank 0.0ml * cond.	空白(0.0000---99.9991ml) 在空白值测定方式中, 空白值被自动地记录, 被空白值修正过的值以“-b”为标志。 只在“KFT”形式中使用。
drift corr : auto * cond.	对滴定结果进行漂移修正(自动、人工、OFF) 打开漂移修正开关, 从KFR容积中减去某值(漂移 * 滴定时间)、被漂移修正过的值以“-d”为标志。 自动: 减去滴定起始漂移值。 人工: 减去所输入的固定漂移值。 如果漂移修正设定在“man”, 就需要漂移值: 手工漂移修正的漂移值 (0.0---99.9 微升/分)。
> statics	统计
mean n=OFF * cond.	n个单一结果(2---20, OFF)的平均值计算。 计算平均值和标准偏差。 如果要使平均值计算进行, 需要如下:
res. tab original * cond.	统计结果表 (原始值、删除所有值、删除n个值) 原始值: 使用原始表, 删除结果也并入计算中。 删除所有值: 整个表被删除。 删除n个值: 带有指数n的某个单一结果被删除。
delete n=1 * cond.	删除结果的指数n(1---20) 从统计计算中排除带n指数的结果。

计算公式及单位

计算公式预先设定并依赖于所选形式:

“KFT”形式公式:

$$\text{水 (含量)} = \frac{(\text{KFR容积} - \text{空白值}) \times \text{滴定度} \times \text{系数}}{|\text{样品大小}| \times \text{除数}}$$

系数和除数用于对不同单位结果的转换。

结果单位	样品大小	系数	除数
:	g: 克	:	:
ppm: 百万分之一	mg: 毫克	:	样品的密度(克/毫升)
	ml: 毫升	:	:
	μl: 微升	:	:
	pc: 百分之一	:	$1000 \times \text{水密度(克/毫升)} \times 100$

通过 <unit> 键, 可选择结果的单位.

滴定度测定形式“TITER”的公式:

$$\text{滴定度} = \frac{|\text{样品大小}| \times \text{系数}}{\text{KFR 容积}}$$

因数用于输入标准的水含量.

a1C

结果单位	样品大小	系数
水	克	1000
水	微升	水密度 (克/毫升) ≈ 1
甲醇	毫升	甲醇的含量 (毫克/毫升)
甲醇	微升	$0.001 \times \text{甲醇的含量(毫克/毫升)}$
二水酒石酸钠	克	156.6
二水酒石酸钠	毫升	0.1566

9W

空白值测定形式“BLANK”公式:

$$\text{空白值} = \text{KFR 容积} \times \text{系数}$$

如果空白值可以通过过量的溶剂体积测定, 那助借助系数, 结果即可转化为随后所用的量.

如果漂移修正开关开着, 那么在所有形式中, “KFR 容积”可用以下公式修正:

$$\text{KFR 容积} - d = \text{KFR 容积} - (\text{漂移值} \times (-d) \text{ 时间})$$

“(-d) 时间”与所施加的控制时间一致 (就是说, 在正萃取和滴定时间内, 但不在起始体积的分散时间和负萃取时间内).

使用人工漂移修正, 输入的漂移值与结果计算一致, 但是在自动漂移修正中, 使用滴定开始的漂移值.

在滴定中, 当湿气入口处需被补充时, 可使用漂移修正.

当比率 $\frac{\text{漂移} \times \text{滴定时间}}{\text{KFR 容积}}$ 很大时, 使用漂移修正是适宜的.

<unit> 键

对 KFR 形式和样品大小来说, 可用 <unit> 键选择结果的单位, 在调节过程和支持状态中, 它易受影响。在“TITER”和“BLANK”形式中, 结果单位只可观察而不能修改。

<unit>

result unit	%
-------------	---

在 KFT 形式中的单位 (%、ppm、mg/ml、g、mg、mg/pc、无单位)

<enter>

用 <select> 键选择单位, 用 <enter> 键确认。

result unit	%; 2
-------------	------

十进制的数(0---9)

在结果输出的十进制数空间中有分隔符“;”。

闪烁的数字表示这个值现在可以输入。

smp1 size unit:	g
-----------------	---

样品尺寸的单位 (g、mg、ml、 μ l、pc, 无单位)

用 <select> 键选单位。

统计计算

如果平均值起作用, 可计算以下值:

——平均值

——标准偏差

——相对标准偏差

在结果报告上输出这些值或通过 <select> 键观察; 重复按下 <select> 键, 直到需要的值出现在显示屏上。以下数据将按顺序显示, 亦见 8 页:

当前结果

平均值

标准偏差

相对标准偏差

按顺序 <print> <1> <enter> 可输出单一结果表。

注解:

——如果单一结果个数达到 n, 在下次开始时, 统计计算重新开始。

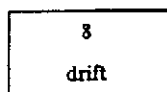
——当形式变换, 先前形式的统计命令结束(res. tab deleted), 且一种新形式的命令出现。

——通过“delete all”, 可删除统计计算中不再需要的旧结果。

——重新计算的单一结果立即合并到统计计算中。

——如果结果不能重新计算, 自动计数器增值。但是, 合并单一结果的计数器不变。

1. 漂移显示, <drift> 键



在调节过程中, <drift> 键可用于开和关当前漂移的显示。
值可为以下---提供一种设想:

- 滴定池的调节
- 漂移修正是否出现和漂移值大小
- 样品模型, 副反应发生吗? 样品中包含醛或酮吗? 等等
- 终点漂移量作为终止标准 (在基漂移以上的值)

2. 数据输出于打印机上

以下报告可被打打印输出

> 结果报告

自动打印输出

— 在滴定结束时

— 在每一次结果重算后

原始报告在结束时, 有一条双横线 = = = =, 但重算后以示区别而用单线
——。

依赖于预选, 全部或部分的结果报告可被打打印输出。

> 输出 <configuration> 键的内容

按 <print> <configuration> <enter> 的顺序。

> 输出 <parameter> 键的内容

按 <print> <parameter> <enter> 的顺序。

> 输出 <calc data> 键的内容

按 <print> <calc data> <enter> 的顺序。

> 输出统计计算的单一结果表

按 <print> <1> <enter> 的顺序。

按 <QUIT> 键可停止打印输出。

3. 错误信息、检查故障原因

交换设备的“卡嗒”声

原因: 活塞开关机构反弹

按活塞开关扛杆进入结束位置。当KF Titrino仪开着时, 不要扭转活塞扛杆。

4. 错误及相应的信息

改变溶剂

达到试剂容积计数器的有限容积“limit KF reag”。

解决方法: 改变溶剂, 并按下 <clear>。

检查电极	对于断路或短路, 可能的原因及错误纠正方法如下: — 电极未插入 → 插入 — 电极未浸入溶液 → 浸入 — 电极断裂 → 用新电极 电极检测可被关掉。
检查交换器	交换器未插入 (正确地) 解决方法: 插入交换器 (正确地), 以便偶联器接合或按下 <STOP> 键。
汽缸空了!	在 <DOS> 分散过程中, 整个气缸被分散。按下 <STOP/FILL> 键。
被零除	因为样品尺寸, 除数或试剂的消耗为零, 所以不能计算。 解决方法: 输入合适的值或进行新的滴定度测定。
已达到终止体积	因为已经达到终止体积, 所以滴定终止了。无计算结果。 解决方法: 设置较高的终止体积, 并进行重新滴定。

与数据传输有关的错误信息:

如果既未联接计算机, 又未联接打印机, 在滴定结束时的结果输出必须被关掉。

接收错误

E36 奇偶性	解决方法: 按 <QUIT> 键, 确保设置合适的参数, 且参数在两台 仪器上保持一致。
E37 终止位	
E38 溢出错误:	至少一个字符不能读出。
解决方法:	<QUIT>
E39	KF Titrino 的接收缓冲已满(> 82个字符)。
解决方法:	<QUIT>

发送错误:

E40 DSR = OFF	无用于1秒以上的合适手柄。
E41 DCD = ON	
E42 CTS = OFF	解决方法: <QUIT>
E43	接收器是开着的并准备接收吗?
	在至少3秒内, KF Titrino 的传送已被XOFF切断。
	解决方法: <QUIT>
E44	对两台仪器来说, RS接口参数设置不一致。重新设置。

七、准备工作

在开仪器前, 确认它设定在供电电压上, 给仪器提供的电源电缆是三蕊型的, 且适合于带接地脚的插座。如果安装不同的插座, 黄/绿导线必须保护性接地。

如果没有接地插座, 仪器必须与通过接地插座的接地良导体相联任何仪器内部或外部保护性导体的断裂或切断保护性接地终端的情况, 都可能给仪器带来危险。

当仪器与电源相联, 终端就可能带电。打开盖子或移动零件就可能暴露带电零件。在接受任何调整、更换、维护和修理前, 仪器应与所有电压源切断联系。

1. 仪器的安装与内部联接

1.1 带 703 钛架台或 649 搅拌器的 KF Titrimo 仪

仪器的安装与联接如图 7-1 所示。

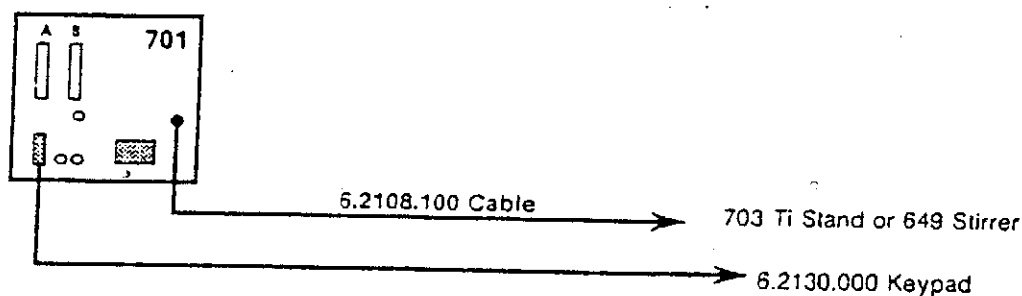


图 7-1 KFTitrino 的安装和钛架台或搅拌器的联接

1.2 打印机的联接

许多种打印机都可联接在 KF Titrimo 的 RS232 接口。如果你所用的打印机不是以下提到的任一种, 就必须保证使用沿表 2BM 标准表 437 的国际字符集, 并在 701 KF Titrimo 上选择“send to IBM”。这样即可得到正确的指定字符打印输出。

下面的表提供几种打印机的联接。

兴华科仪有限公司: 701 KF TITRINO 卡氏水份测定仪

打印机 类 型	电 缆	KF Titrimo 的设置	打印机的设置	
Epson P40	6.2125.040	波特率: 9600 数据位: 7 停止位: 1 奇偶性: 偶 手柄: HWs 送至:Epson	DIP 开关 1 off 自动回车 2 on 有奇偶校验 3 on 偶校验 4 on 7 位 5 off 6 on 7 off } 9600 波特 8 off	
Citizen iDP560 RS	6.2125.050	波特率: 9600 数据位: 7 停止位: 1 奇偶性: 偶 手 柄: HWs 送 至: Epson	DIP 开关 1 on 2 off 3 off } 9600 波特 4 off 5 on 7 位 6 - 7 off } 偶校验 8 on	跳线 1 开 } WSA 2 开 字符集 3 开 4 开 5 关
用 <sel> 设置打印机至 "on-line" (与主机联接)				
Seiko DPU-411	6.2125.020	波特率: 9600 数据位: 7 停止位: 1 奇偶性: 偶 手 柄: HWs 送 至: Seiko	DIP 开关 DIP01 1 off 串行 2 off 无自动 LF(换行) 3 on 40 个字符 4 on 字符类型 5 off 零点描述 6 off 7 on } USA 字符集 8 on	DIP02 1 off 7 位 2 off } 偶校 3 off } 验 4 off 5 off } 9600 6 off } 波特
设置打印机至 "on-line" (与主机联接)				

如果天平与打印机同时联接, 就必须使用 6.2125.030 适配器。打印机必须联接至适配器的“数据输出”插口。它只能用于简单硬件手柄(HWs)或无手柄操作。

1.3 天平的联接

以下天平可同 KF Titrino 联接。

天平		电 缆
Sartorius	MP-8	6.2125.070
Mettler	型号 AT, AM, PM	从 Mettler: ME33995: 绿线至 25 针联接器的针 2, 棕线至针 3, 白线至针 7, 黄线至针 20.
	接口 016	接口 016 的标准设备上的电缆: 红线至 25 针联接器的针 3, 白线至针 7.
	接口 011	6.2125.020
AND	型号 ER-60, 120, 180, 182	6.2125.020
	型号 FR-200, 300	6.2125.020
	型号 FX-200, 300, 320	6.2125.020
	带 RS-232 接口(OP-03)	
Precisa	带 RS232 接口的天平	6.2125.080

天平的类型必须在 KF Titrino 上用 <configuration> 键预选。在 6.2125.030 适配器协调下, 天平和打印机可同时联接。之后, 天平必须与 6.2125.030 适配器的“数据输入”插口相联。

样品尺寸用最高 6 位的数字、符号和小数点传递。被天平发送的单位和控制字符并不传递。

在天平制造商提供的特定输入仪器协助下, 除了重量以外的相同数据亦可用天平输入。相同数据的地址为此必须在输入设备上预选。

Sartorius id#1 或 26

Mettler C

1.4 与 KF 烤箱一起工作的仪器的安装

我们推荐 661 真空泵设备与 KF 烤箱配合使用。它产生干气体流。在 661 真空泵设备以上的架台柱上安装 KF 烤箱。

为了把气体引入 KF 滴定容器, 必须把 6.2730.040 塞子与 6.1819.060PTFE (聚四氟乙烯) 管一起使用。

1.5 记录仪的联接

记录仪可联接至 KF Titrino 的模拟输出部分(图 7-2)

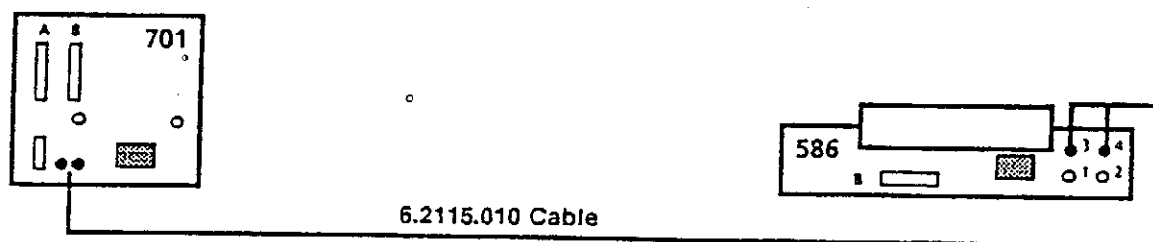


图 7-2 记录仪的联接

其它实验记录仪可联接在 586 Labograph 的位置上。依赖于 KF Titrino 上的预选，可在记录仪上绘制不同的曲线。

记录仪上的曲线	KF Titrino 上的预选	结 果
体积对时间 分散曲线，例如与 KF 烤箱一起工作	V 对 t	汽缸容积 = 2000mV
漂移对时间 漂移曲线，例如观察基漂移	dV / dt 对 t	100 μ l / min = 1000mV
控制偏差对时间	U 对 t 或 -U 对 t	+1mV = 1mV +1mV = -1mV

1.6 计算机的联接

计算机联接如图 7-3。

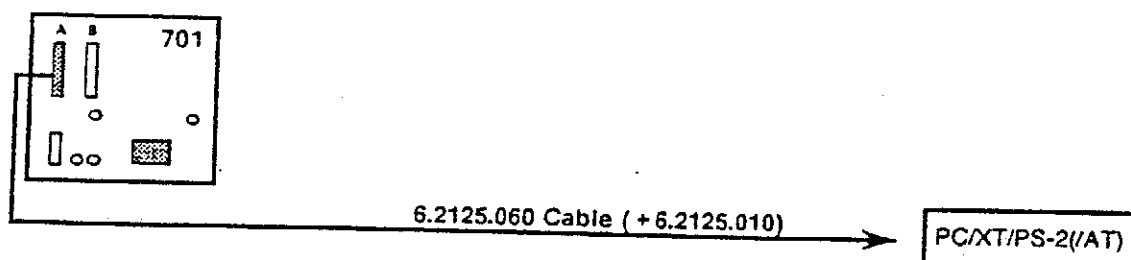


图 7-3 计算机的联接

为便于 IBM 计算机的联接，需用 6.2125.010 适配器。

KF Titrino 上的预选：

RS232 设置：依赖于计算机的控制程序

送至：IBM

用于 KF Titrimo 数据传输的程序包←→计算机 和 磁盘, 用 PASCAL 和 BASIC 6.6007.000.

2. 滴定容器

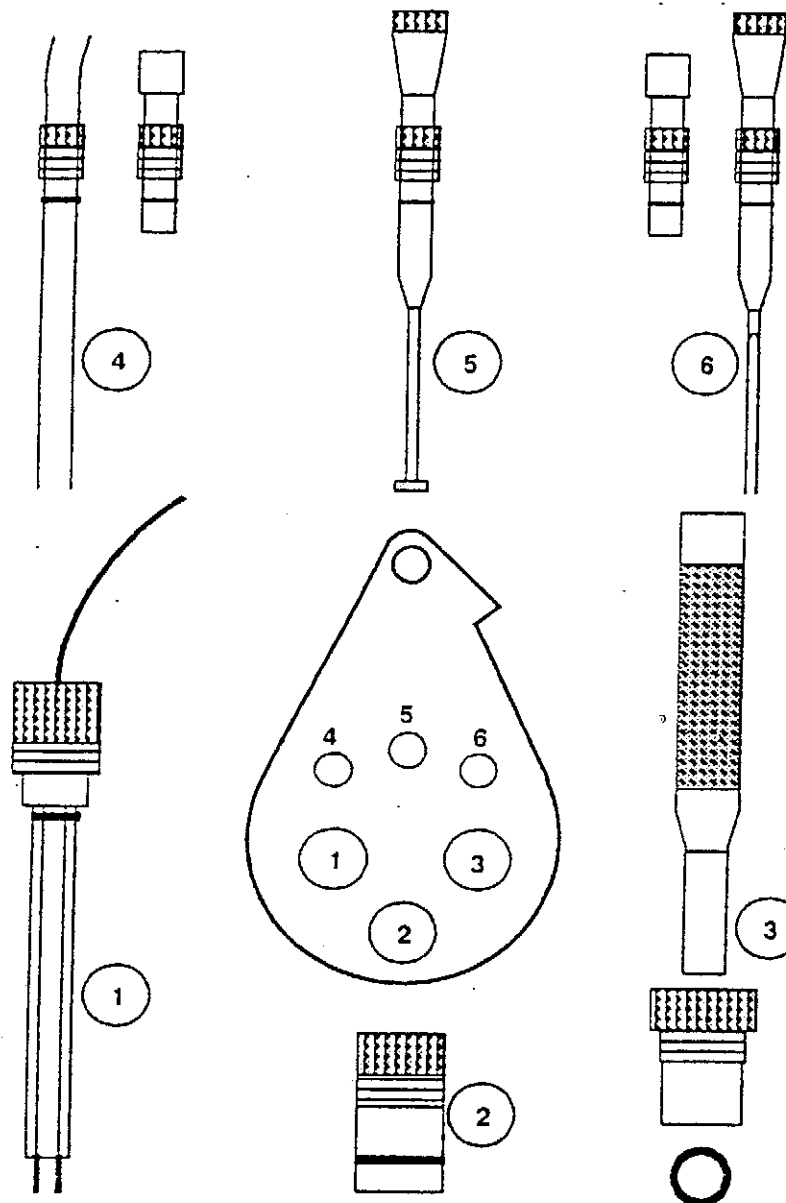
2.1 装备滴定容器的上半部分

在集装前, 各分散部件必须洗净和干燥。在旋开零件时, 操作应小心以保证不损害螺纹。在开设小孔时, 先在带螺纹接口和 O 型密封圈的 6.2730.030 塞子上钻孔。然后取出塞子, 插入所需的滴定头并拧紧至不再自由移动(图 7-4)。

6.2730.030 塞子 或
6.1818.000 螺旋制管(
真空泵的附件)

加入滴定剂的滴定管
头

6.2730.030 塞子 或
6.1543.110 分散头(真
空泵的附件)



滴定容器的上半
部分的开口装备
如下:

1. 电极
2. 样品加入口
3. 干燥管
4. 塞子或螺旋
管
5. 带有滴定剂
的滴定管头
6. 塞子或分散
头

6.0338.000 电极

样品加入口
6.2730.020 隔膜塞子

带有 6.2730.010 螺纹
接口的 6.1403.040 干
燥管

图 7-4 装备滴定器的上半部分

在滴定容器的上半部分的下部，装配大密封环，并夹紧上半部分与架台柱。联接上半部分与下半部分。

欲得到好的滴定结果，滴定剂必须以最快的速度起始溶液相混合。这可通过以下得到

- 有效地搅拌
- 确保在搅拌棒上方，滴定管头直接指向容器的正中央。

2.2 样品的加入

固体样品用 6.2412.00 玻璃重量匙加入。为加入样品，取出隔膜塞子。

液体样品通过隔膜注入。粗注射针会在隔膜塞子上留下痕迹。如果有必要用粗针头的话，6.2730.040 塞子和 6.1445.040 螺旋塞子可代替 6.2730.020 隔膜塞子使用。通过 6.2730.040 塞子上的孔缝可插入注射针。

气体样品的引入，可用 6.273.040 塞子和 6.1819.040 聚四氟乙烯(PTFE)制管代替 6.2730.020 隔膜塞子使用。

2.3 电极的联接



图 7-5 电极的联接

八、附录

技术说明

滴定方式	KF 滴定 用水或含量标准测定滴定度。用酒石酸钠测定滴定度。空白值测定。
测定的下限	约 500 微克水。
含无离子水的样品	
的典型测定时间	30 秒...几分钟，与滴定剂有关。
终点指示	伏安法或电流分析法。
滴定管分析	每滴定管体积 1000 步。

显示字符高度	2CD ₂ , 2行包含24个字符, 5毫米。
RS232 接口	对打印机与天平联接或与计算机联接, 需完全从外部遥控。
常规输入/输出线:	用于联接样品转换器或机器人。
输入线	开始、终止、输入、清除
输出线	准备、调节好、滴定、滴定结束、改变溶剂、错误、活化。
模拟输出	下面曲线可被记录
	——容积对时间
	——漂移对时间
	——控制偏差对时间
输出信号	——2000---2000 毫伏
分析	
体积对时间:	1 汽缸容积 = 2000 毫伏
漂移对时间:	100 微升/升 = 1000 毫伏
控制偏差对时间:	1 毫伏 = 1 毫伏
环境温度	
标准操作范围:	5---40℃
贮存、运输:	-20---70℃
安全说明	按照 IEC 出版物 348, 一级安全设计和测试。本手册包含的信息及警告, 使用者应遵从以确保安全操作和维持仪器在安全状态下。
电源联接	
电 压:	100, 117, 220, 240 伏 ± 10% (可变动)
频 率:	50---60Hz
功率消耗:	15VA (伏安)
保 险 丝:	热保险丝
交换设备尺寸	
宽:	150 毫米
高:	450 毫米
深:	275 毫米
包含键盘的重量约	3.4 千克