

## 目 录

1. 仪器介绍 .....	1
1.1 仪器描述 .....	1
1.2 电位滴定原理 .....	1
1.3 仪器部件 .....	1
1.4 滴定模式 .....	2
1.5 应用预期 .....	2
2. 滴定仪概览 .....	3
3. 设备安装 .....	4
3.1 设备运行环境 .....	4
3.2 组装滴定管 .....	4
3.3 安装滴定管 .....	5
3.4 组装滴定台 .....	6
3.5 连接设备 .....	7
4. 仪器操作 .....	9
4.1 仪器启动/关闭 .....	9
4.2 登录界面 .....	10
4.3 系统主界面 .....	14
4.4 自定义界面设置 .....	14
4.5 系统设置 .....	15
4.5.1 人员管理 .....	16
4.5.2 实验室信息 .....	18
4.5.3 密码修改 .....	18
4.5.4 时钟设置 .....	19
4.5.5 报告设置 .....	20
4.5.6 统计设置 .....	22
4.5.7 日志 .....	23
4.6 设备设置 .....	24
4.6.1 本机信息 .....	25
4.6.2 滴定管清洗 .....	26
4.6.3 滴定管系数 .....	27
4.6.4 单步馈液 .....	28

4.6.5 传感器 .....	28
4.6.6 搅拌器 .....	31
4.6.7 打印机 .....	31
4.7 方法设置 .....	32
4.8 滴定控制参数 .....	37
动态等当点滴定 .....	37
终点滴定 .....	41
水分测量滴定 .....	44
4.9 样品测量 .....	45
4.10 数据管理 .....	47
5.实验操作 .....	52
5.1 实验之前的准备 .....	52
5.2 样品方法载入 .....	52
5.3 样品准备 .....	52
5.4 输入样品信息 .....	53
5.5 实验信息 .....	53
5.6 滴定过程 .....	53
5.7 结果计算 .....	54
5.8 关机 .....	54
6.终点滴定 .....	54
7.卡尔费休容量法滴定 .....	57
8.光度滴定 .....	63
9.反应类型与示例 .....	67
酸碱滴定法 .....	67
络合滴定法 .....	68
氧化还原滴定法 .....	69
沉淀滴定法（银量法） .....	71
附件: .....	74
A、常用电极的选择 .....	74
B、仪器的保养与维护 .....	75
C、滴定仪常见问题 .....	78
D、账号权限分配推荐 .....	80

## 1. 仪器介绍

### 1.1 仪器描述

PS-600D 绝缘油微水、酸值测试仪为单片机控制的高精度分析仪器，可提供精确度高、重复性好的测量结果。本滴定仪可连接打印机，输出滴定结果。也可通过原始数据、曲线描述滴定过程；可通过计算机进行全面监控并进行软件版本升级及方法下载。本滴定仪用于等当点滴定的 pH 值测量。可完成化学分析中的酸碱滴定、氧化还原滴定、络合滴定、沉淀滴定、卡尔费休（水分）滴定、光度滴定、温度滴定等。本滴定仪组装简便，具有独立的滴定台，馈液系统，可通过更换装有不同滴定剂的滴定管快速进行各种滴定，并可存储多种滴定方法。

### 1.2 电位滴定原理

电位滴定法是一种利用电极电位的突越来确定终点的分析方法。进行电位滴定时，在溶液中插入待测离子的指示电极和参比电极组成化学电池，其中参比电极的电位保持恒定，指示电极的电位随被测物质浓度的变化而改变。实际实验中随着滴定剂的加入，由于发生化学反应，被测物质离子浓度不断发生变化，指示电极的电位随着发生变化，在计量点附近，被测离子的浓度发生突变，指示电极的电位发生相应的突跃。因此，测量滴定过程中电动势的变化，就能确定滴定反应的终点，根据计算公式计算出样品的含量。

### 1.3 仪器部件

PS-600D 绝缘油微水、酸值测试仪有以下部件：

#### ■ 主机

滴定仪主机主要包括触摸屏嵌入式操作系统，馈液控制单元和电位测量模块。主机正面具有7英寸的彩色液晶显示屏幕（触摸屏）、16 G存储空间；与主机一体化的滴定台（包括磁力搅拌器和滴定支架）；一体化馈液装置。主机背面具有一个BNC接口（复合型传感器）、一个指示接口（指示电极）、一个参比接口（参比电极）、一个4PIN航空接口（温度传感器）、模拟信号接口、二个RS232接口（打印机接口，刷机接口）、两个12V直流

电源输出口。

#### ■ 滴定台

滴定台包括磁力搅拌器和滴定支架。外接搅拌台可通过12V直流电缆与主机连接。

注：新版搅拌台改进电源电路，与旧版搅拌台配件不通用。

#### ■ 传感器

对于被测溶液中特定离子敏感并将离子的浓度转化为电信号的装置。用于测量溶液中特定离子的浓度。测量值为电压、电流、电导等。

#### ■ 打印机

点阵式打印机，打印纸宽 57.5mm，具有 RS232 接口，通过电缆与主机通讯。12V 直流供电。

注：新版打印机改进电源电路，与旧版打印机配件不通用。

### 1.4 滴定模式

#### ■ DET

动态等当点滴定。单次滴定液加入量在一定范围内变化。

#### ■ MET

等量等当点滴定。单次滴定液加入量为固定值。

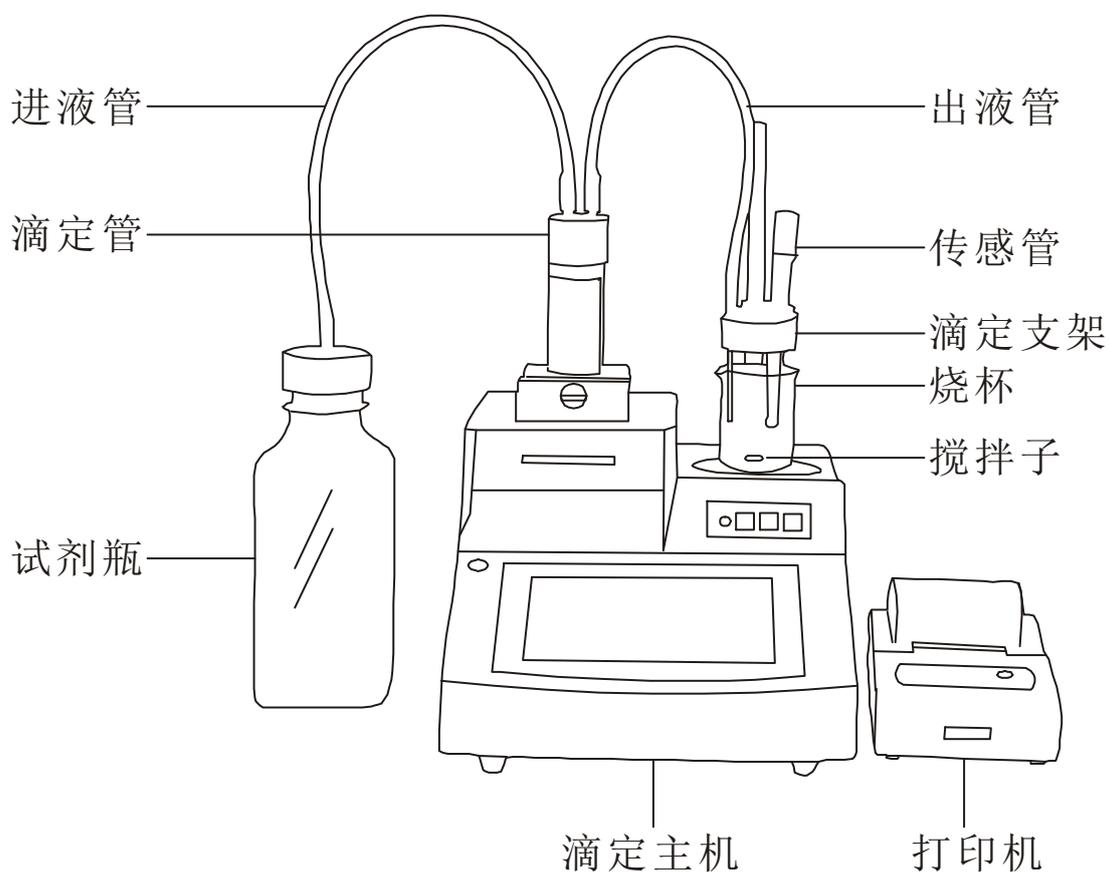
### 1.5 应用预期

PS-600D 绝缘油微水、酸值测试仪是为分析实验室进行常规滴定分析而设计的。该仪器在测量分析过程中可能涉及到具有腐蚀性、剧毒、可燃性溶剂。因此，在使用时，要求操作者具防范毒性和刺激性物质的基础知识和经验。此外，还需具有如何应用实验室或生产车间中规定的防火措施方面的知识。

**注意：**请您在仪器投入运行前务必仔细通读本说明书（操作手册）。在说明书中包含有各种信息、警告与注意，请用户务必遵循这些指示，以确保仪器的安全运行。

## 2. 滴定仪概览

PS-600D 绝缘油微水、酸值测试仪设备包括触摸屏操作系统、馈液单元、滴定台（一体）、打印机组成。其中，触摸屏操作系统为嵌入式 WINCE 触控操作系统，馈液单元包括，馈液机械传动机构、滴定管、液路系统；滴定台包括，磁力搅拌器、滴定支架等。



### 3. 设备安装

#### 3.1 设备运行环境

PS-600D 绝缘油微水、酸值测试仪设计为用于在室内环境下运行，且不允许在有易爆危险的环境内使用。请将设备竖立放在利于操作、无震动的试验地点，尽可能地做好防腐蚀气体及防化学品污染保护。

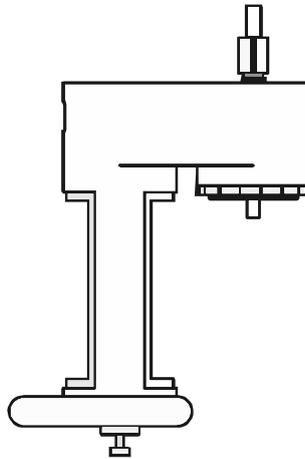
本设备应做好防过度温度波动及阳光直射保护。室设计的专用仪器。该仪器需要安装在无强烈振动、无直接光照、周围无强电或强磁场的环境中。

- 环境湿度：≤ 80% （卡尔费休实验≤ 65%）
- 温度范围：5℃ ~ 40℃
- 电 压：220V（±10%） 50Hz

#### 3.2 组装滴定管

滴定管是滴定仪的核心功能模块，用于在滴定液发送过程中存储滴定液并精确计量。其包含以下组成部分：

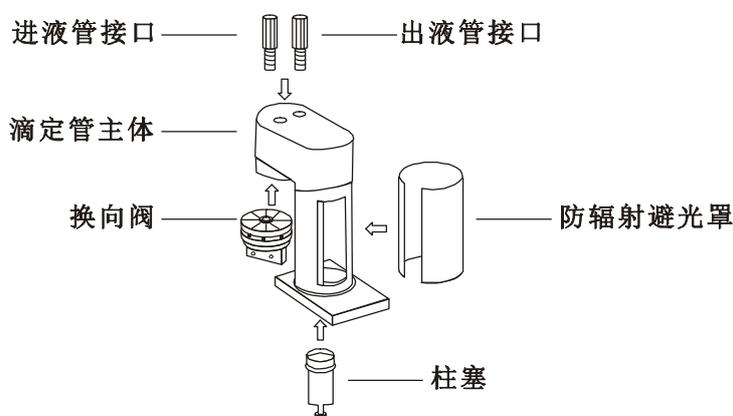
- 滴定管主体
- 换向阀
- 进液管
- 出液管
- 柱塞
- 防辐射避光罩



- 1 将柱塞的聚四氟帽头向上、“T”型衔铁向下，从滴定管下端垂直插入

玻璃管中。“T”型衔铁末端外露约 8mm，且柱塞要与玻璃管平行，避免柱塞在玻璃管中往复运动时产生应力造成玻璃管破损；

- 2 将进液管一端附带的聚偏氟乙烯接头插入到滴定管主体后端的进液端口并旋紧；
- 3 将出液管一端附带的聚偏氟乙烯接头插入到滴定管主体后端的出液端口并旋紧；
- 4 小心将防辐射避光罩撑开卡在滴定管体上，遮挡住玻璃管；
- 5 用手转动滴定管后端的换向阀柄，使带有“●”标记的一侧面向前端且与滴定管主体上部垂直。

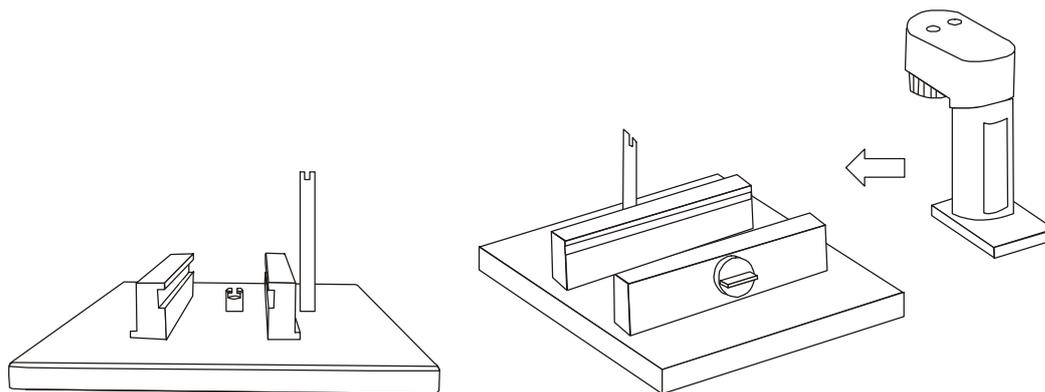


滴定管各部件示意图

### 3.3 安装滴定管

滴定管需要安装到馈液单元上使用。

- 1 安装滴定管之前要使馈液单元处于“松脱”状态；
- 2 将已组装好的滴定管从馈液单元的滑轨的右侧推入轨道。使换向阀柄插入到换向杆上端的凹槽中，倒“T”型衔铁插入到丝杠的倒“T”型凹槽中；（注：如果在推进过程中受到阻碍，不可用力强行推进，可调整倒“T”型衔铁或换向阀柄的角度后再次尝试）
- 3 顺时针旋转前滑轨上的锁紧旋钮将滴定管锁定在滑轨上；
- 4 将进液管插入到盛有滴定液的专用试剂瓶中；
- 5 将出液管安装在滴定支架上合适的位置；



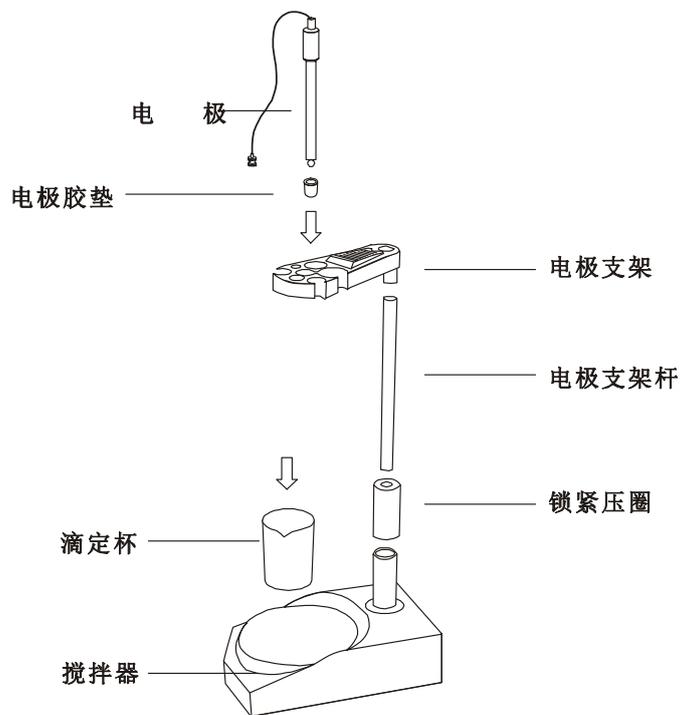
馈液单元初始状态示意图

滴定管右侧推入轨道示意图

### 3.4 组装滴定台

滴定台是进行测量和滴定进程的场所，包括磁力搅拌器、滴定支架。

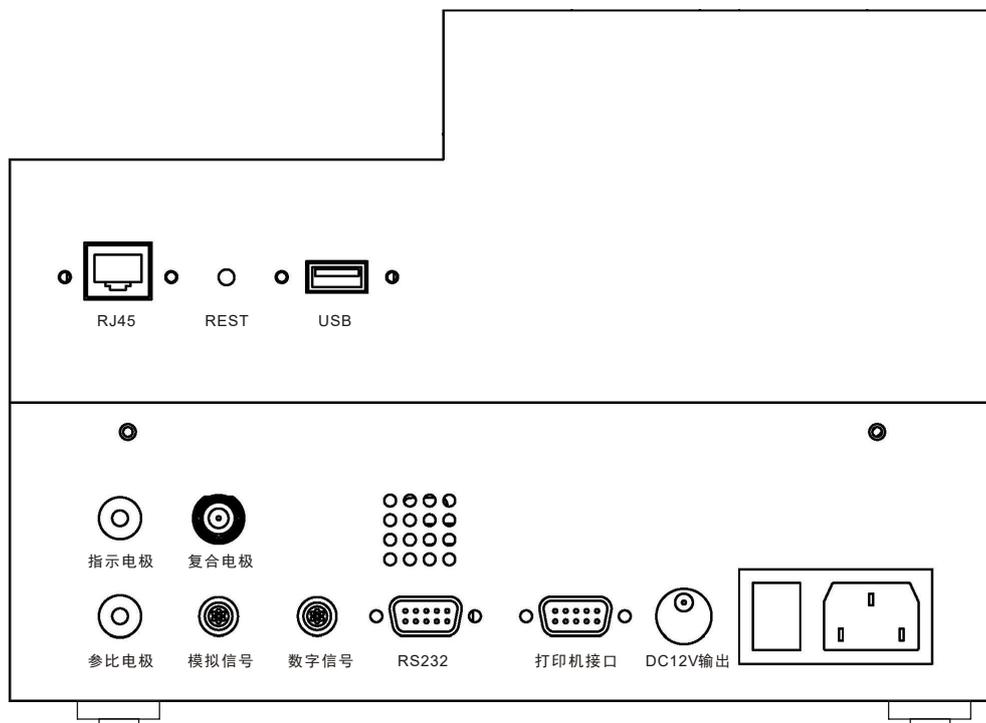
- 1 将金属支杆平面一侧朝后方插入磁力搅拌器上的支杆座中，将锁紧压圈穿过金属支杆向下旋套在支杆座上，旋紧；
- 2 将已组装好的传感器支架套在金属支杆上（用力按下蓝色按键使支架上的过孔变大，松开后支架自动锁定在金属支杆的任意位置上）；
- 3 滴定支架上有事先预留的孔洞，可以根据测试过程的需要安放传感器、滴定液馈送头、桨式搅拌器等。



滴定台示意图

### 3.5 连接设备

各设备需要与主机连接，才可以被驱动并传递信息；PC 版工作站可通过路由器搭建的局域网与主机通讯；打印机只接受控制器的信息与指令。



主机背观示意图

#### ■ 连接主机电源电缆

主机 220V 电源电缆的接口在主机背面板右侧下部。

#### ■ 连接传感器

将传感器固定在滴定支架上，传感器电缆连接到主机背面左侧的传感器接口上。不同规格传感器所对应的接口有所不同，需要确认后再插入，避免损坏传感器、接口甚至测量模块。

复合电极接口（BNC）连接复合型传感器，如 pH 复合传感器、复合型氧化还原传感器；

指示电极接口（香蕉插头）连接单体的指示电位变化的传感器，如铂电极、银电极、铜电极、pH 玻璃电极等；

参比电极接口（香蕉插头）连接单体的作为电位基准的传感器，如甘汞电极、硫酸亚汞电极、pH 玻璃电极等；

数字电极接口（4pin 航空插头）连接专用的数字传感器，如水分电极、

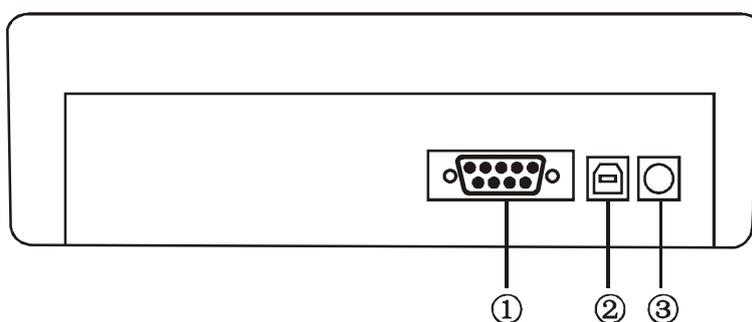
光度电极、温度电极等。

■ 连接 PC 版工作站

将某个专用路由器网线通过 RJ45 网络接口与主机建立连接，再将已安装 PC 版工作站的计算机与专用路由器连接，借助路由器局域网实现 PC 工作站与滴定主机建立通讯。

■ 连接打印机

打印机通过专用打印机接口与滴定主机建立通讯，传递信息；从主机右侧任意 12V 的直流插座为打印机供电。



打印机接口示意图

- 1、RS232接口
- 2、USB打印线接接口
- 3、DC12V输入

注：滴定主机背面的另一个 RS232 接口为工程师刷机接口，不能为打印机提供打印通讯。

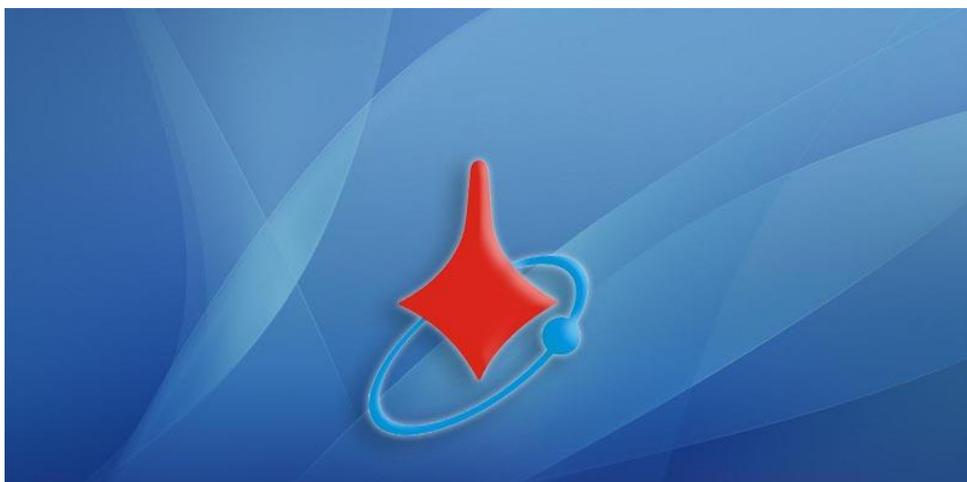
## 4. 仪器操作

### 4.1 仪器启动/关闭

#### 4.1.1 启动仪器

首先打开主机背面右下角总电源开关，使所有相关设备自动上电；

开启电源开关后操作系统自动启动并进行初始化。同时播放开机动画，依次显示制造商标识、制造商名称、仪器自检。播放时长约 30 秒钟，不能人为跳过或中断。



开机动画播放（即初始化）完毕自动跳转至登录界面。

#### 4.1.2 关闭仪器

在滴定仪主机及所有连接部件均在待机状态下，关闭主机背面的总电源开关。

#### # 操作提示---主机触摸屏操作

操作人员发布指令及仪器回馈信息都是通过触摸屏幕完成，屏幕上显示的操作界面就是人机对话的窗口。

可使用手指、指甲或者专用触控笔激活触摸屏进行控制及输入操作，在进行

操作时有以下特点：

- 要使用适中的力度进行触控
- 连续点击的频率不能过高
- 不要用尖锐物件划蹭
- 注意防止液体渗入

## 4.2 登录界面

登录界面是所有操作人员正常进入操作系统的窗口，操作人员通过该界面选择不同方式登录账号。



开机动画播放完毕自动跳转账户登录界面，首次开机系统中只有一个默认管理账号 **admin**，用户需要登录 **admin** 账号完成实验室账号管理与权限的分配。

（**admin** 默认密码 123）。

注：同时“本机信息”中记录首次开机用户注册的时间。

账号登录方式分为两种，账号与密码登录或者通过指纹采集器指纹登录账号。账号类型分为三种。第一种，用户管理账号登录，输入账号 **admin** 和对应正确密码，登录用户管理账号。

第二种，实验员登录，输入实验员账号和对应正确密码，登录实验员账号，进入操作主界面，等待后续实验操作。

第三种，匿名登录，操作人员无需输入账号和密码直接点击“跳过”进入操

作主界面，实现无账号快速登录。

注：审计追踪版本系统无法使用匿名登录。

账号长度限制：阿拉伯数字，简体中文，英文大小写，特殊字符，限制字符长度 2~10 个字符。

登录密码限制：阿拉伯数字，简体中文，英文大小写，特殊字符，限制字符长度 20 个字符。

登录完成后进入到主界面或者自定义界面（根据用户设定），两个界面可通过“界面切换”按键自由切换，操作人员可以开始对仪器进行操作。

## # 操作提示--权限管理

本操作系统采用自定义分级权限管理结构。分级账号及权限说明如下：

- 管理账号 该账号为固定权限，包括负责本仪器全部操作人员的新建账户、初始化密码、删除账户；修改管理员密码；开启审计追踪。
- 匿名账号 匿名登录账号为固定操作权限，包括使用本仪器启动样品测量开展实验；对仪器存储的个人实验数据进行调阅、统计、打印、导出、删除本人的实验数据；滴定方法的新建，修改，删除，导入导出样品滴定方法；启动本仪器设备管理功能对从属设备进行参数设置、操作控制（包含滴定管，搅拌器，传感器，单步馈液等）；修改匿名账号登录密码。
- 自定义账号 该账号可以自定义操作权限，在人员管理界面新建账号是可以从 23 个操作权限中自定义设定账号权限，其详细操作流程见 4.5.1。

注：匿名登录状态下，在实验报告显示及输入时“实验员”项内容显示为空。

注：各级别人员在各自操作界面中可以进行修改登录密码的操作。

注：账号操作无权限功能模块时会弹出警告消息。

## # 操作提示---输入法的调用及切换

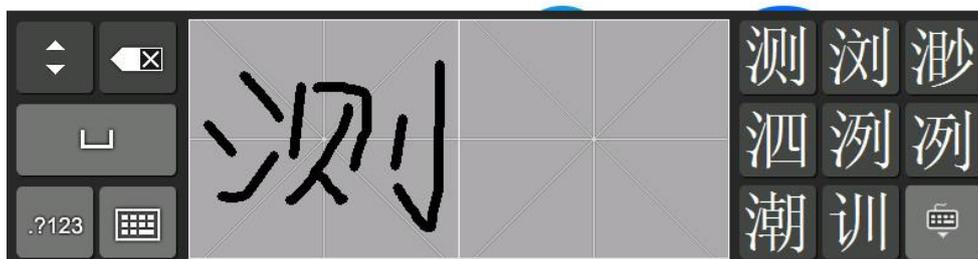
在人机交互中，可以使用数字键盘输入阿拉伯数字，也可以采用手写输入和拼音输入简体中文、英文大小写。

点击需要进行输入操作的文本框，在输入位置会出现提示光标“|”，部分输入框会直接显示数字键盘，可直接点击输入数字“0 1 2 3 4 5 6 7 8 9”和“.”；

如需要删除已输入内容，则先选择需要删除的内容，然后按“删除”键删除；完成输入后，按“确定”键保存已输入的内容。

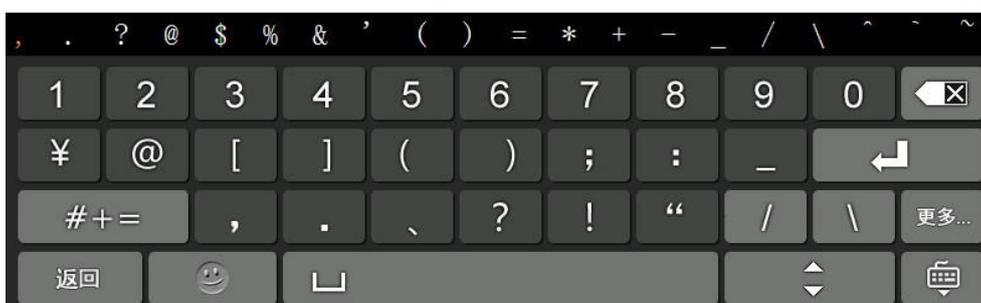
在点击可输入汉字的输入框时，系统会显示默认的手写输入法，手写输入法可以输入简体中文、阿拉伯数字、大小写英文字母。

在手写输入状态下，屏幕上会出现输入面板框，使用手指或触摸笔在输入面板框内按正确笔顺书写需要输入的字符，书写时不要将字符写在输入面板框外，也不要过度连笔书写，以免识别错误。



点击“”键，切换至全键盘输入状态，在该状态下能够输入大小写英文字母、简体中文、阿拉伯数字。在全键盘输入面板框中点击2次“”，可将输入方式切换到手写输入状态。

点击“”键，切换至数字与特殊符号键盘输入状态，点击“更多”可输入其他特殊符号。

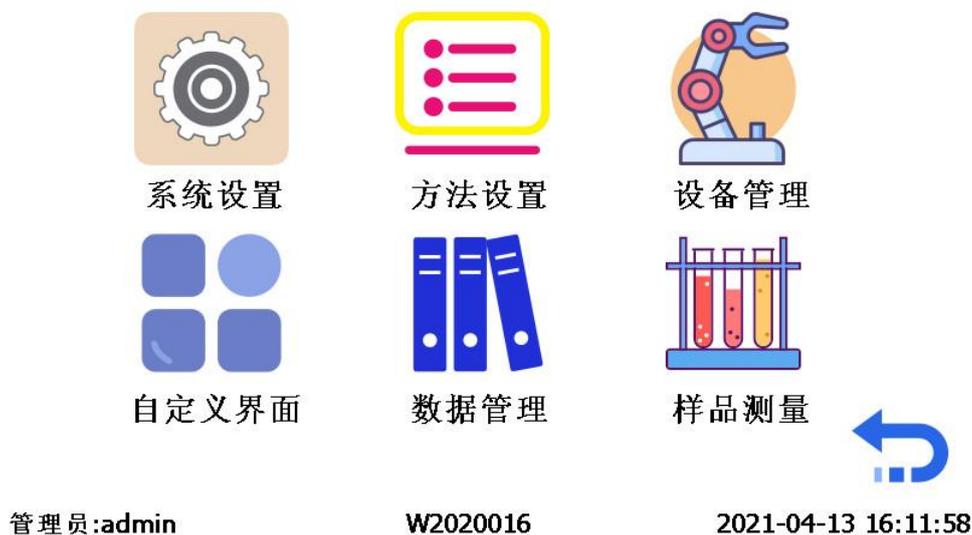


上述三种键盘，均可在输入面板框内的备选区显示带输入的字符，点击选取输入的字符；点击“”键可删除光标前面的输入字符；点击“”键使输入面板在屏幕中的显示位置上下调换；完成输入字符后按“”键或点击操作界面空白处，可退出当前的输入状态。

同时系统也支持使用外接键盘的使用。

### 4.3 系统主界面

完成登录之后，用户会进入系统主界面，主界面会显示设备公共信息，显示内容包括，已登录人员，仪器编号，实时时钟。



主界面也是六大功能模块的操作界面，包括系统设置，方法设置，设备设置，数据管理，样品测量，自定义界面。

注：滴定过程中无法切换实验员登录。

注：可以在“自定义设置”设定优先启动自定义界面，使自定义界面代替主界面作为登录后的第一个界面，自定义界面与主界面可以点击“”或“”相互切换。

### 4.4 自定义界面设置

该项可以从 19 个自定义功能中选择 6 个组建成自定义界面，设定优先启动自定义界面后，将会代替主界面成为登录后的跳转的第一个界面。



注：自定义界面必须选取 6 个功能模块，不足 6 个会弹出警告提示。

注：在该界面发生的界面跳转，在返回上一级的时候依旧会回到自定义界面。

#### 4.5 系统设置

系统设置中包含报告设置，统计设置，实验室信息，人员管理，修改密码，时钟设置，日志。



报告设置

统计设置

实验室信息

人员管理



修改口令

时钟设置

日志

管理员:admin

W2020016

2021-04-14 09:01:28

注：非审计追踪版本系统，没有日志功能。审计追踪版本需要开启审计追踪功能后才能浏览日志。

#### 4.5.1 人员管理

人员管理界面，用户可在该界面设置人员账号信息，权限分配，当前账号状态和登录密码有效期限。

首次开机之后需要用户登录管理账号 **admin**，（默认登录密码 123）在此界面完成其他人员账号的新增与人员操作权限的分配，在人员管理界面点击“增加”，进入新建账号设置界面，在该界面可以设定账号，职务，姓名，登录密码和密码有效期限，自定义账号的操作权限。

自定义权限一共有 23 项，包含账号管理，数据导出，查看数据，统计数据，打印数据，报告审批，报告复核，方法增加，方法修改，方法导入，方法导出，报告设置，统计设置，实验室信息设置，开展实验，时钟设置，滴定管系数，清洗，单步馈液，传感器，数据还原，数据备份，查看日志。

非审计追踪版本中还有删除本人实验数据和删除他人实验数据两个自定义权限。

完成上述设定，点击“添加”按键，完成账号设置后设定项目（除密码有效期外）均不可修改且已建账号不可删除。

账号:

称谓:

姓名:

期限:  小时

||
||
||
||
||
||
||
||
||
||
||
||

账号管理  
数据导出  
查看数据  
统计数据  
打印数据  
报告审批  
报告复核  
方法增加

管理员:admin X2020015 2021年04月14日 10:29:35

0	
1	admin
2	super123

管理员:admin X2020015 2021年04月14日 10:30:56

在用户列表中，将显示所有已建的账号及账号状态。

在用户账号列表中，点击账号可以查看已建账号的全部信息，并修改登录密码有效期，账号初始化使账号登录密码恢复为默认，设置登录账号的启用与禁用。

账号初始化后登录密码恢复为默认密码 123

注：匿名账号登录无法设置登录管理。

注：账号具有唯一性，不能够新建相同的账号，否则会弹出警告提示，账号中的姓名设置可以重复。

#### 4.5.2 实验室信息

操作者可以通过该项设置实验室名称和实验室地址，还可以设置实验室环境温度与环境湿度。

实验室名称:

实验室地址:

环境温度℃:  环境湿度%:



实验室信息均可在“报告设置”设置为报告显示项目。

环境温度：阿拉伯数字 保留位数一位 输入范围（0~95.0℃），为电极校正温度。

环境湿度：阿拉伯数字 保留位数一位 输入范围（0~95.0%）

#### 4.5.3 密码修改

操作者可以通过该项修改当前登录账号的的登录密码。需要先输入旧的密码，再输入新的密码，确认后完成修改。退出本次登录后新密码生效。

旧口令:    
 新口令:  修改口令



指纹录入



管理员:邓昊

X2020025

2021年04月15日 13:40:38

连接指纹采集器后，点击“指纹录入”将任意手指指纹放在指纹采集器上，按照屏幕提示完成指纹录制。录制完成后当前账号可凭指纹识别登录。

#### 4.5.4 时钟设置

登录具有该权限的账号之后可以通过该项设置仪器日期，时间与时钟格式。

报告  管理

账号:

密码:

备注:



管理员:邓昊

X2020025

2021年04月15日 13:35:29

## 时间修改

2021年4月14日 10时24分59秒



## 格式修改

2021年04月14日 10:33:55



管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 10:33:55

注: admin 登录和匿名登录时, 点击“时钟设置”会警告提示该账号无权限修改时钟设置。

审计追踪版本工作站修改时钟设置时, 需要另外一个具有修改时钟权限的账号根据界面引导通过账号与密码或者个人指纹实现快速登录, 完成双人复核, 并要写明修改原因记录在日志中。

## 4.5.5 报告设置

操作者可以通过该项自定义打印报告的显示内容。点击“启用打印”可开启试验后自动打印报告功能。

<input checked="" type="checkbox"/>	样品批号
<input checked="" type="checkbox"/>	样品量
<input checked="" type="checkbox"/>	等当点
<input checked="" type="checkbox"/>	滴定结果
<input checked="" type="checkbox"/>	滴定用时
<input checked="" type="checkbox"/>	实验备注
<input checked="" type="checkbox"/>	日期
<input checked="" type="checkbox"/>	时间



选择



启用打印



管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 10:36:35



注：“数据管理”中查看的报告与滴定结束后自动生成的报告，两者显示内容均由该项设定。

仪器型号：当前仪器型号，根据本机信息中仪器型号显示。

仪器编号：当前仪器编号，根据本机信息中仪器编号显示。

报告编号：当前报告在仪器数据库中的编号。

实验室名称：根据用户设置中的实验室设置设定信息显示。

实验室地址：根据用户设置中的实验室设置设定信息显示。

实验员：根据执行实验时登录的实验员显示。匿名登录，实验员姓名显示为空。

日期：根据时钟设置的日期和格式显示对应实验数据生成的日期。

时间：根据时钟设置的日期和格式显示对应实验数据生成的起始时间。（按滴定键时记录的时间）

环境温度：根据用户设置中的实验室设置设定信息显示，为实验室环境空气温度。pH 电极校正时的补偿温度。用户手动输入，默认值为 25℃。

环境湿度：根据用户设置中的实验室设置设定信息显示，为实验室环境空气湿度。

滴定管编号：根据“滴定管系数”界面设定的滴定管编号信息显示。

滴定管系数：根据“滴定管系数”界面设定的滴定管校正系数信息显示。

方法名称：根据实验调用的样品方法显示方法名称。

样品名称：根据样品测量界面“样品名称”用户设定信息显示。

样品量：根据样品测量界面“样品量”用户设定信息显示，附加用户设定“单位”一同显示。

公式各项赋值：计算公式中空白体积（B），滴定液浓度（C），滴定度（T），水分(S)等计算赋值。

空白体积（B）：样品测量（方法设置）界面设定的空白实验体积。单位为 mL。

滴定液浓度（C）：样品测量（方法设置）界面设定的实验中所使用的滴定剂浓度，单位为 mol/L。

滴定度（T）：样品测量（方法设置）界面设定的滴定度，单位为无。

注：滴定度是每 1mL 某摩尔浓度的滴定液所相当的被测药物的质量。

水分(S)：样品测量（方法设置）界面设定的被测样品的水分含量。单位为无。

等当点：滴定实验所确定的等当点，显示等当点个数排序和该等当点对应的消耗（滴定剂）体积，电位值（或者 pH 值）。

滴定结果：根据“计算公式”计算所得结果。保留位数和单位根据样品测量（方法设置）界面设定显示。

滴定用时：滴定实验从（进样）启动滴定到滴定终止所用时间。

计算公式 1/2/3：方法设置中的计算公式。

实验备注：根据样品测量界面用户所输入得“实验备注”信息显示。

过程数据：滴定过程中生成的原始实验数据，包括数据点序号，馈液体积，电位值（或者 pH 值），一阶导数值，二阶导数值。

滴定曲线：滴定中实时绘制的滴定曲线。

一阶导数曲线：滴定中实时绘制的一阶导数曲线。

二阶导数曲线：滴定中实时绘制的二阶导数曲线。

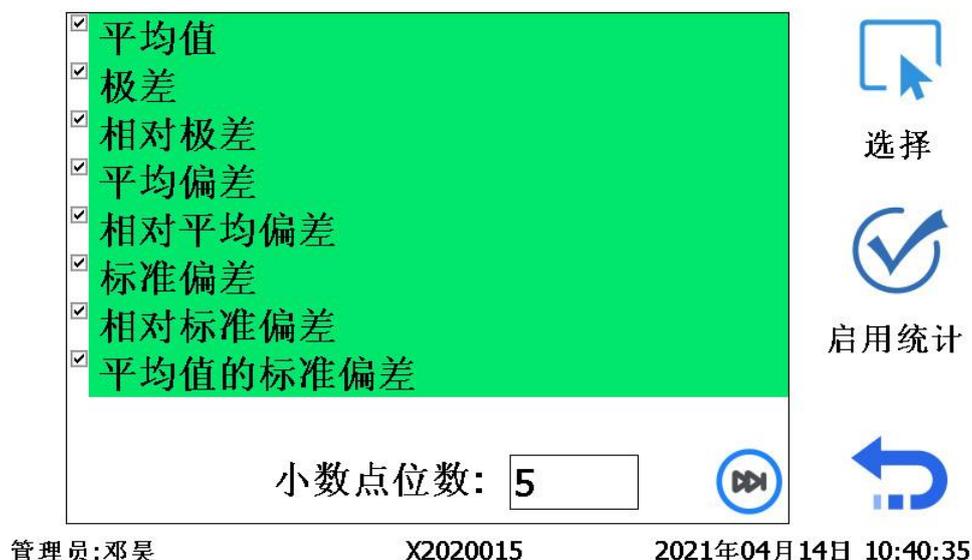
统计：对同日期同样品名同批号的多个实验数据进行统计计算，统计计算项目由“系统设置”下的“统计设置”项中内容设定。

方法信息：当前报告所使用的滴定方法参数。

#### 4.5.6 统计设置

该项可以选择统计计算公式，对多个实验结果进行统计评估。点击“启用

统计”可开启实验结束之后自动统计功能。



注：自动统计会筛选同样品名同日期同样品批号的多个实验结果一同统计。

注：小数点保留位数推荐保留 5 位以上，否则运算过程中的中间结果的约分会影响结果最终准确性。

#### 4.5.7 日志

开启审计追踪功能之后，登录具有该权限的账号，点击“日志”，即可进入日志界面浏览当前仪器的操作日志记录，点击列表中任意内容可查看日志详细内容，点击列表蓝色标题栏可弹出日志筛选设置界面，完成设置后点击查询，日志将刷新显示筛选内容。

同时支持日志的导出与打印。

开启审计追踪详细操作见 4.6.1

日期	时间	用户	内容	等级
20210415	164056	qc001	日志查看,	一般
20210415	164054	qc001	登录成功,	一般
20210415	164023	super123	用户管理,	一般
20210415	164006	super123	用户管理,	一般
20210415	163822	super123	登录成功,	一般
20210415	151524	super123	数据备份,备份到U盘	一般
20210415	151519	super123	数据备份,备份到U盘	一般
20210415	151333	super123	数据导出,	一般
20210415	151256	super123	数据导出,	一般
20210415	150533	super123	数据查看,	一般



管理员:邓昊

X2020015

2021年04月15日 16:42:09

日期	时间	用户	内容	等级
20210415	164056	qc001	日志查看,	一般
20210415	164054	qc001	登录成功,	一般
20210415	164023	super123	用户管理,	一般
20210415	164006	super123	用户管理,	一般
20210415	163822	super123	登录成功,	一般
20210415	151524	super123	数据备份,备份到U盘	一般
20210415	151519	super123	数据备份,备份到U盘	一般
20210415	151333	super123	数据导出,	一般
20210415	151256	super123	数据导出,	一般
20210415	150533	super123	数据查看,	一般

时间 2021- 3 - 1 至 2021- 4 - 15

用户  等级



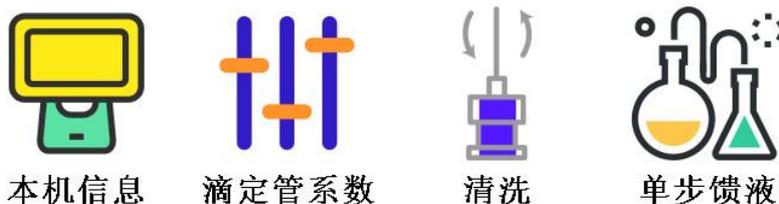
管理员:邓昊

X2020015

2021年04月15日 16:43:19

#### 4.6 设备设置

设备设置中包括本机信息，滴定管系数，清洗，单步馈液，传感器，搅拌器，打印机。该模块可以对仪器主机以及已连接的外围设备进行控制设定。



管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 10:54:59

#### 4.6.1 本机信息

该界面显示本机基本信息，包括程序版本号、仪器编号、仪器型号、系统编号、屏幕尺寸、生产厂商、安装日期，运行期限，网络状态，审计追踪状态。

<b>程序版本: V1.3.13</b> <b>仪器编号: X2020015</b> <b>系统编号: S0220015</b> <b>屏幕尺寸: 7英寸</b> <b>生产厂商: 北京先驱威锋技术开发公司</b> <b>安装时间: 20210414 100413</b> <b>运行期限: 长期</b> <b>网络状态: 网络正常</b> <b>是否开启审计功能: 未开启</b>	    
---	---

管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 10:56:29

注：安装日期为用户首次开机注册后自动记录。

审计追踪的开启，登录 admin 账号，在本机信息界面，点击右侧“”键后弹出警告框，开启审计追踪之后系统将清空数据库数据（包含实验数据，账号信息，实验方法，日志信息），审计追踪功能一经开启无法关闭。

程序版本: V1.3.13			
仪器编号: X2020015			
系统编号:	是否要开启审计功能, 如果开启数据将全部 删除从新开始		
屏幕尺寸:			
生产厂商:			公司
安装时间:			
运行期限:			
网络状态:			
是否开启审计功能: 未开启			

管理员: admin                      X2020015                      2021年04月14日 14:18:38

#### 4.6.2 滴定管清洗

操作者在该功能模块可以完成整个馈液系统与管路的清洗。通过清洗功能还可以排除滴定管与管路中的气泡、使滴定管补满或者清空试剂。

选择好清洗次数，选择好清洗体积后，点击“清洗”按键，启动清洗。清洗完成后自动到滴定位置待机，等待后续滴定操作。在滴定管清洗过程中可以退出清洗界面，进行其他模块的操作。

清洗进度条		
清洗次数:	3	初始化
清洗体积:	10	停止
松脱	清洗	

管理员: 邓昊                      X2020015                      2021年04月14日 14:28:49

清洗次数与清洗体积默认保存上一次使用数值，清洗过程中可以点击“停止”提前停止清洗进程。

滴定管拆卸，在该界面点击“松脱”，滴定管换向阀运行完毕后（可拆卸状

态)，松开固定旋钮，沿着滑轨从左往右平推拆下滴定管。

初始化，是滴定管运行至滴定状态待机。

注：清洗体积只能设定为整数体积，推荐清洗次数 3~5 次，清洗体积 10mL。

注：用户应该在每天第一次测量之前使用清洗功能将滴定管中贮存的旧试剂替换成新的试剂。

滴定管维护：在长时间无法使用滴定管时，应将滴定管内的试剂排空，替换成无水甲醇溶液补满滴定管并长时间保存，防止滴定液长时间腐蚀滴定管影响馈液精度。

#### 4.6.3 滴定管系数

操作者在该功能模块可以录入并选择使用滴定管的编号和校正系数。每个滴定管出厂之前都会进行滴定管校正，所以每个滴定管标签上会标明滴定管编号和校正系数。首次开机之后请操作者自行录入，点击确认完成完成滴定管系数设置。

滴定管编号：	<input type="text" value="09950775"/>	
滴定管系数：	<input type="text" value="1.0002"/>	
常用信息		
<input type="text" value="编号:09950770系数:1.0018"/>		
<input type="text" value="编号:09950775系数:1.0002"/>		
<input type="text"/>		



管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 14:40:29

滴定管编号:

滴定管系

常用信息

编号:099

编号:099

设置成功







管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 14:42:09

注: 为保证实验精度, 请更换滴定管时选择对应的滴定管系数。

#### 4.6.4 单步馈液

该功能可以手动控制滴定管进行高精度定量馈液。该功能还可以使用仪器通过手动控制加液和指示剂颜色变化来完成传统滴定。

馈液体积:

累加体积:

馈液速度:

馈液计时:



馈液



管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 14:44:50

#### 4.6.5 传感器

传感器正确连接主机之后, 仪器会自动识别并接收检测信号。该模块主要用于传感器(电极)的校正, 分为pH 电极校正和离子浓度标准曲线两个小模块。

注：电极接收信号默认为模拟电极信号，如果数字电极和模拟电极同时接入，则会优先接收数字电极信号。在样品滴定界面会显示当前使用传感器图标。

The screenshot displays the pH calibration interface. At the top, the electrode ID is 'RS201201' and the potential value is '-125.435'. Below this, the current pH is '9.12' before calibration and '9.10' after. The selected standard group is 'NIST', with a checkbox for '是否手动判定' (Manual Judgment). A row of buttons shows standard pH values: 1.68, 4.01, 6.86, 9.18 (highlighted in red), 12.46, and 19.9. At the bottom, there are four icons: a shield for '添加' (Add), a percentage sign for '计算' (Calculate), a circular arrow for '重置' (Reset), and a graph for '读斜率' (Read Slope). To the right, there is a '离子校准' (Ion Calibration) icon and a back arrow. At the bottom of the screen, it shows '管理员: 邓昊', 'X2020015', and '2021年04月14日 14:56:51'.

操作者可以在该项对 pH 电极进行校正，计算并生成校正斜率。

校正前先设定校正温度（实验室信息界面设置），再选取标 pH 冲溶液标准组，默认校正模式“自动”。

注：校正模式默认为“自动”模式，若遇到标准溶液 pH 值识别偏离较大时，可切换为“手动”，在标准组中选取标准溶液对应的 pH 值按键辅助系统识别标准缓冲溶液。

将 pH 电极浸入某个标准 pH 缓冲溶液中，轻微晃动电极（或者开启搅拌）待界面“添加”键红色边框消失（或者用户观察电极 pH 稳定）后，点击“添加”键系统记录当前标准 pH 校正点，将电极清洗干净擦掉水分后可浸入另一个标准 pH 缓冲溶液中，重复上述操作依次记录余下标准 pH 校正点。根据实验 pH 范围需要可以两点校正，也可以三点校正。

校正操作完成之后，点击“计算”仪器会根据已记录的 pH 校正点计算并生成当前 pH 电极校正斜率，同时将该校正参数录入系统生效，点击“读斜率”键可以查看电极校正斜率报告，报告中显示分段斜率，校正温度，校正日期，校正人员等校正信息，还可以将使用打印功能将报告打印出来。

电极编号: **RS201201**

电位数值: **-125.200**

pH校正前: **0**

pH选组: **19.9**

1.68 4.0

写入成功

添加 计算 重置 读斜率

离子校准

管理员: 邓昊 X2020015 2021年04月14日 14:58:09

电极编号: **RS201201**

电位数值: **-125.095**

171.683mv和5.406mv 斜率为98.62%

5.406mv和-124.773mv 斜率为94.85%

离子校准

管理员: 邓昊 X2020015 2021年04月14日 14:58:46

电极编号: **RS201201**

电位数值: **-125.055**

pH校正前: **0**

pH选组: **19.9**

1.68 4.0

确认重置?

添加 计算 重置 读斜率

离子校准

管理员: 邓昊 X2020015 2021年04月14日 14:59:38

注：在应用 pH 测量和终点滴定测量之前，应对 pH 电极进行校正。使用 pH 电极推荐斜率大于 90%，电极稳定时间不超过 60 秒。

#### 离子浓度标准曲线

操作者可以在该项使用标准溶液对离子选择电极进行校正并生成标准曲线。

#### 4.6.6 搅拌器

操作者可以在该项设定磁力搅拌器的开启与停止，搅拌加速与减速，正向或者反向搅拌。

搅拌器编号:	DOWNSTIR	
搅拌速度:	400	
搅拌方向:	顺时针	
初始速度:	150	
速度增量:	10	
		
		

管理员: 邓昊                      X2020015                      2021年04月14日 15:02:05

设定加速速率之后，同时主机上的薄膜按键也可以实时控制搅拌器转速。

#### 4.6.7 打印机

操作者可以在该项查看打印机信息并通过“打印测试”测试打印机是否正常工作。

打印方法:针式撞击点阵打印  
打印机构:8针梭式  
系统编号: S0220015  
打印纸宽:57.7mm  
打印字符:英数字符、国标汉字  
接口形式:串行接口 DB9



管理员:邓昊

X2020015

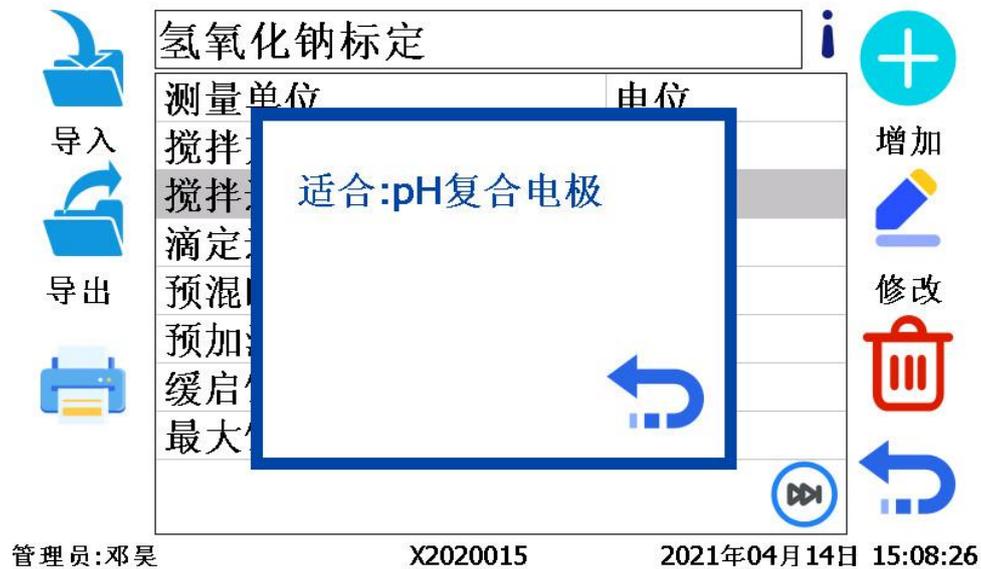
2021年04月14日 15:03:56

注：打印机自检：关闭滴定仪主机电源，将打印机 12V 电源线与滴定仪主机连接，按住打印机“走纸”键，打开滴定仪主机电源开关，当打印机开始打印动作后松开“走纸”键，打印机自动打印出自检报告。

#### 4.7 方法设置

操作者可以在该项完成创建新方法，编辑方法参数，删除方法，导出方法等操作。

**新建** 创建一个新的样品方法，在方法设置界面先从方法列表中选择对应的方法模板（带※的方法为模板方法），点击“新建”后输入新的方法名称，选择该实验使用电极作为使用电极备注（电极备注可以不设定），确认后可对方法中默认的方法参数进行编辑修改并保存。



选择一个自定义的样品方法载入，点击“新建”后复制该套方法参数作为新建方法的默认参数，完成新建之后点击“**i**”按键可查看电极备注。

注：带※的方法为模板方法，模板方法为不可编辑状态，以模板方法为基础新建方法之后，新建方法为可编辑状态。

**修改** 在方法列表中选择要修改的样品方法载入（非模板方法），可选中方法参数列表任意一项点击“修改”按键，进入参数修改界面，完成修改后点击“确认”退出修改界面并保存本次修改。

**搅拌速度(rpm)**

450 ✓

7	8	9
4	5	6
1	2	3
0	.	←

管理员:邓昊 X2020015 2021年04月14日 15:09:15

**公式1**

0.1\*M  
V1\*T ✓

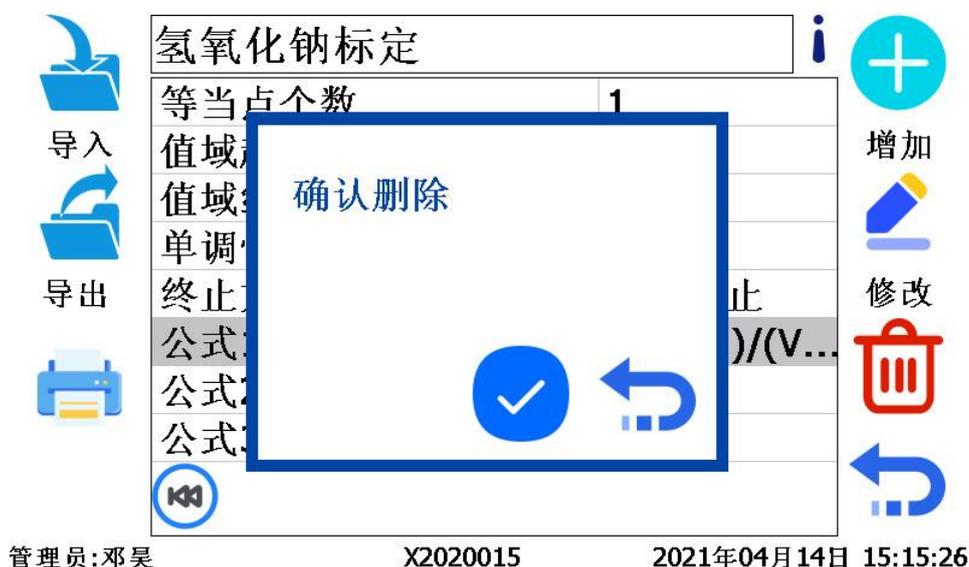
7	8	9	+	←	单位	mol/L
4	5	6	-	→	小数	4
1	2	3	×	V	空白B	
0	.	←	÷	M	浓度C	
					水分 S	
					滴定度T	20.42

管理员:邓昊 X2020015 2021年04月14日 15:13:16

氢氧化钠标定	
等当点个数	1
值域起点	0
值域终点	0
单调性	关闭
终止方式	缓慢停止
公式1	(0.1*M)/(V...
公式2	
公式3	

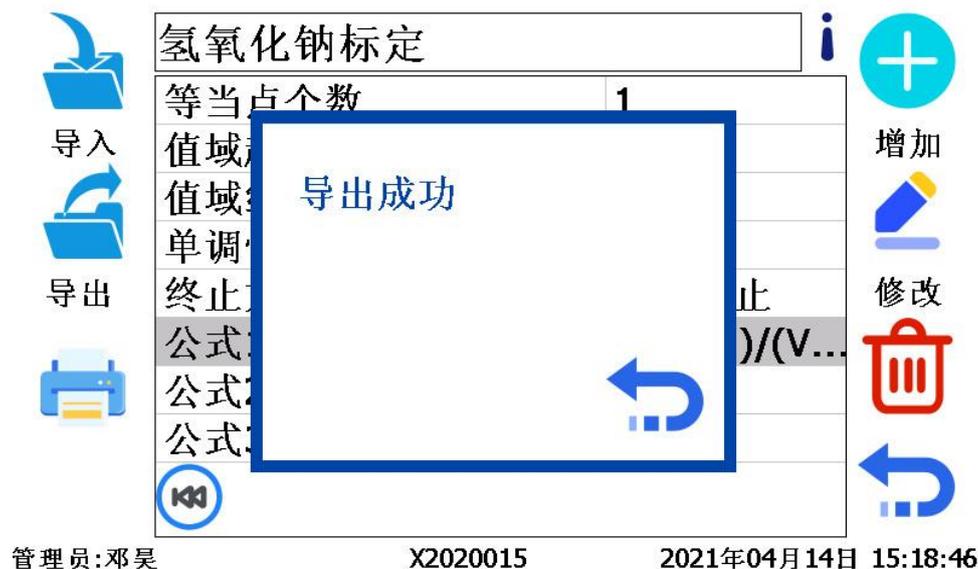
管理员:邓昊 X2020015 2021年04月14日 15:14:34

**删除** 在方法列表中选择要删除的样品方法载入（非模板方法），点击“删除”会弹出警告提示，再次确认后删除该样品方法。



**方法导出** 在仪器主机背面 USB 接口插入外部记忆卡(U 盘)，等待大约 10 秒完成 U 盘识别与连接后，在待导出的方法参数界面点击“导出”按键，根据提示完成方法导出。导出路径为 U 盘:\xqwf。

**方法导入** 将备份样品方法参数 txt 格式文件放置路径为 U 盘:\xqwf 文件夹中。将 U 盘插入仪器主机背面 USB 接口，等待大约 10 秒完成 U 盘识别与连接后，点击“导入”，方法文件就会导入到方法库中，稍后可在方法设置界面查看。  
注：若导入方法与主机中已有方法同名，则以导入的新版本覆盖主机中的旧版本方法。



此电脑 > ZDJ-600测试 (G:) > xqwf >

名称	修改日期	类型	大小
backup	2021/3/22 16:56	文件夹	
update	2021/3/17 15:54	文件夹	
方法_氢氧化钠标定_20210414 151841.txt	2021/4/14 15:19	文本文档	1 KB
结果2021-04-14 18-46-31.txt	2021/4/15 8:32	文本文档	3 KB
结果2021-04-14 18-50-34.txt	2021/4/15 8:32	文本文档	3 KB

方法设置大致分为滴定方法选择（模板方法选择），设定应用电极，设定滴定控制参数，设定计算参数四个步骤。



滴定方法分为预设模板方法（带※，不可修改）和用户新建自定义方法。预设模板方法包括：动态等当点滴定，等量等当点滴定，终点滴定，pH 测量，

离子浓度测量。

**动态等当点滴定：**动态滴定时，每一步所滴加的滴定液体积都是动态变化的，体积增量跟前一步加液量所引起的电位变化大小有关，但体积增量不会大于最大馈液体积，也不会小于最小馈液体积。该滴定方法适合于大多数的样品测定，可通过动态控制馈液体积来缩短实验时长。

**等量等当点滴定：**等量滴定时，仪器始终以恒定馈液体积来滴定。相对于动态滴定等量滴定更加适用于需要缓慢加液或者反应缓慢的滴定，如大多数样品的空白体积滴定。

**终点滴定：**该滴定是一种可以预先设定滴定终点的不过量滴定。在未达到控制点前，仪器以“最小等待时间”为间隔，每次滴加的滴定液量为“最大馈液体积”。在达到控制点后，仪器每次滴加的滴定液量为“最小馈液体积”，直至滴定结束。

**pH 测量：**测定待测溶液 pH 值的实验方法。

**离子浓度测量：**测定待测溶液中某种离子浓度的实验方法。

设定应用电极

可以在样品方法中添加推荐使用电极组的标签。

#### 4.8 滴定控制参数

##### ◇ 动态等当点滴定

*动态等当点滴定	
测量单位	电位
搅拌方向	顺时针
搅拌速度(rpm)	400
滴定速度(mL/min)	15
预混时间(s)	5
预加液体积(mL)	0
缓启馈液体积(mL)	0
最大馈液体积(mL)	0.4

 导入  
 导出  


  增加  
 修改  
  


管理员: 邓昊      X2020015      2021年04月14日 15:25:29

*动态等当点滴定	
最小馈液体积(mL)	0.02
漂移稳定阈值(mV/min)	30
最小等待时间(s)	5
最大等待时间(s)	10
预期电位变化(mV)	8
安全体积(mL)	10
导数阈值(mV)	500
导数终止阈值(mV)	300

管理员: 邓昊                          X2020015                          2021年04月14日 15:27:45

*动态等当点滴定	
等当点个数	1
值域起点	0
值域终点	0
单调性	关闭
终止方式	缓慢停止
公式1	
公式2	
公式3	

管理员: 邓昊                          X2020015                          2021年04月14日 15:31:29

测量单位：滴定进程中测量值的单位。

输入范围（电位； pH）

默认值 电位

搅拌速度：磁力搅拌器每分钟转速。

输入范围（ 0~2000rpm ）

默认值 500

滴定速度：单次馈液时的速率。

输入范围（ 1~30ml/min ）

默认值 15

预混时间：在本次测定过程中，进行滴定液馈送之前，搅拌器电机旋转的时间段。通过预混合使样品在溶剂中充分溶解。

输入范围（ 0~9999s ）                      默认值 5s

预加液体积：在滴定进程的起始阶段，设定的量值较大的馈液体积值。预馈液是为缩短滴定过程时间。在滴定进程启动时大量加入滴定液至理论终点（等当点）之前的适当位置。

输入范围（ 0~100mL，精度 0.1 ）                      默认值 0

注：预加液以三步方式（设定容量的 4/7， 2/7， 1/7）加入滴定液，加液间隔为 2 倍最小等待时间。

缓启动馈液体积：在滴定进程启动最初（如有预加液，则排在预加馈液之后执行）进行的单次馈液体积值，连续馈液三次。（缓启动期间不判定等当点）

输入范围（ 0~1mL，精度 0.001 ）                      默认值 0.200

注：缓启动馈液体积的设置要注意避免因大量加液而掩盖了靠前的等当点。

最大馈液体积：滴定过程中单次加入滴定液的所能达到的最大体积值。

输入范围（ 0.001~5mL，精度 0.001 ）                      默认值 0.400

最小馈液体积：滴定过程中单次加入滴定液的所能达到的最小体积值。

输入范围（ 0.001~1mL，精度 0.001 ）                      默认值 0.020

注：滴定过程中单次加入滴定液的体积值。其取值范围上限和下限分别对应最大馈液值、最小馈液值。滴定过程中离终点越远，单次馈液量越大；越靠近终点单次馈液量越小。使滴定进程快而准确。

漂移稳定阈值：单位时间（采样周期）内测量信号的变化幅度（极差）与时间段的比值，即在滴定过程中确定反应进行完全，判断系统是否达到平衡状态的限度值。

输入范围（ 0.1~100mV/min，精度 0.1 ）                      默认值 30

最大等待时间：滴定过程中相邻两次滴定液滴加的最大间隔时间，也是临近终点时馈液的时间间隔。

输入范围（ 1~99s ）                      默认值 10

最小等待时间：在滴定过程中相邻两次滴定液滴加的最小间隔时间。

输入范围（ 1~99s ）                      默认值 5

预期电位变化：对每一次馈液使反应体系电位（电流）值产生的变化量的绝对值的预期。

输入范围（ 0.1~20mV，精度 0.1 ）      默认值 8

安全体积：在一次滴定过程中，总馈液量的上限值。若从开始滴定时起，总馈液量已经到达设置安全体积，则将停止滴定。

输入范围（ 0.1~999.9mL，精度 0.1 ）      默认值 10

导数阈值：判定等当点的识别条件，等当点的滴定曲线中一阶导数曲线值要大于导数阈值。对于不同系统来说，可能需要适当调节阈值的大小。

输入范围（ 0~9999 ）      默认值 500

注：等当点极值的绝对值的下限限度数值，滴定曲线上测量点对应的一阶导数值的绝对值大于该值时，即判定该等当点有效。过滤滴定曲线中的干扰波动。

导数终止阈值：滴定停止条件，确定等当点之后，一阶导数值低于设定值之后滴定立即停止滴定。

输入范围（ 0~9999 ）      默认值 300

注：绘制完整滴定曲线，设定值越小曲线越完整，滴定时间越长。

等当点个数：在一次滴定过程中，等当点的数量。若已找到规定数量的等当点，则停止滴定。

输入范围（ 1~11 ）      默认值 1

注：1~9 代表找到第几个等当点停止；10 代表所有等当点中选取最高的一个等当点；11 代表所有等当点中选取最后的一个等当点。

值域起点：滴定突跃所在的电极测量值范围起点。

输入范围（ 0~±2000mV 或者 0~20.00pH）

值域终点：滴定突跃所在的电极测量值范围终点。

输入范围（ 0~±2000mV 或者 0~20.00pH）

单调性：判断滴定曲线的单调性，即判断滴定过程中电极电位的递增或递减。

输入范围（ 下降；关闭；上升 ）      默认值 关闭

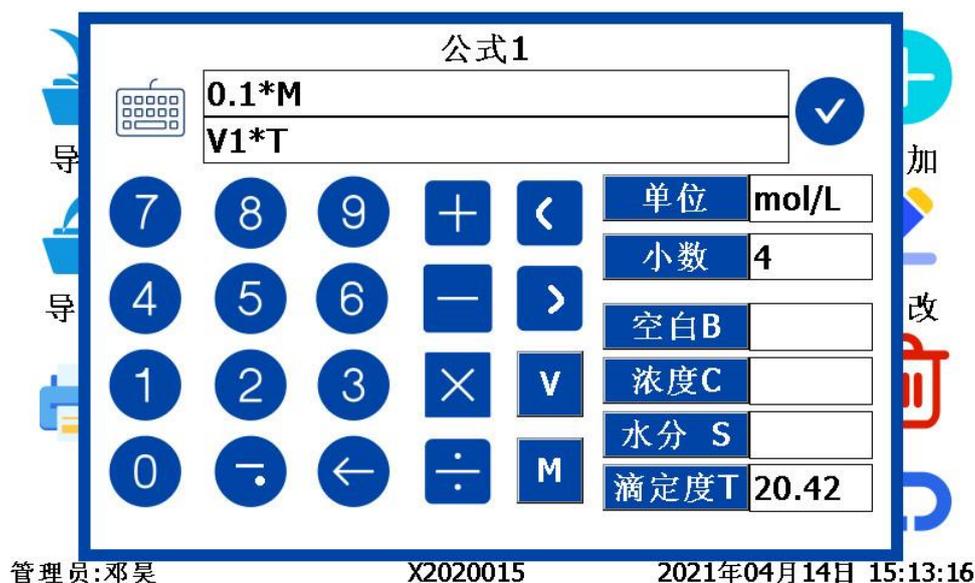
终止方式：完成等当点识别判定后，终止过量滴定的方式。

输入范围（ 快速停止；标准停止；缓慢停止 ）      默认值 缓慢停止

注：滴定终止条件优先级，安全体积>值域判断>等当点个数

计算参数：设定样品方法中的计算公式，结果单位以及结果保留位数。一个方法中最多可以输入三个计算公式。计算公式中 V+数字 n，n 的输入范围（1~11），代表把第 n 个等当点的体积代入到公式计算。公式界面中的所有蓝色按键均可点击实现输入功能。

公式 1, 2, 3:



滴定度（T）是指每 1ml 规定浓度的滴定液所相当的被测物质的质量（mg）数。

滴定度（T）是根据被测物质与滴定液的反应摩尔比来计算的。对滴定反应， $aA + bB = cC + dD$  若 A 为被测物质，B 为滴定液，则对于被测物质 A 的滴定度（T）=  $(a/b) \times B$  滴定液摩尔浓度（mol/L） $\times$  A 被测物质摩尔量（分子量 M）。

#### ◇ 终点滴定

终点个数：在一次实验过程中，终点的数量。根据终点个数设定不同终点的控制参数。

输入范围（ 1~2 ）                      默认值 1

安全体积：在一次滴定过程中，总馈液量的上限值。若从开始滴定时起，总馈液量已经到达设置安全体积，则将停止滴定。

输入范围（ 1~999mL ）                      默认值 50

安全时间：在一次滴定过程中，第一次到达终点值后至强制终止实验进程的等待时间。

输入范围（ 1~999min ） 默认值 5

测量单位：滴定进程中测量值的单位。

输入范围（ 电位； pH ） 默认值 pH

搅拌速度：磁力搅拌器每分钟转速。

输入范围（ 0~2000rpm ） 默认值 500

滴定速度：单次馈液时的速率。

输入范围（ 1~30ml/min ） 默认值 30

预混时间：在本次测定过程中，进行滴定液馈送之前，搅拌器电机旋转的时间段。通过预混合使样品在溶剂中充分溶解。

输入范围（ 0~9999s ） 默认值 5s

预加液体积：在滴定进程的起始阶段，设定的量值较大的馈液体积值。预馈液是为缩短滴定过程时间。在滴定进程启动时大量加入滴定液至理论终点（等当点）之前的适当位置。

输入范围（ 0~100mL，精度 0.1 ） 默认值 1

注：预加液以三步方式（设定容量的 4/7， 2/7， 1/7）加入滴定液。

缓启动馈液体积：在滴定进程启动最初（如有预加液，则排在预加馈液之后执行）进行的单次馈液体积值，连续馈液三次。

输入范围（ 0~1mL，精度 0.001 ） 默认值 0.200

注：缓启动馈液体积的设置要注意避免因大量加液而掩盖了靠前的等当点。

最大等待时间：滴定过程中相邻两次滴定液滴加的最大间隔时间，也是控制点至终点时馈液的时间间隔。

输入范围（ 1~200s ） 默认值 10

最小等待时间：在滴定过程中相邻两次滴定液滴加的最小间隔时间。也是到达控制点之前的馈液时间间隔。

输入范围（ 1~200s ） 默认值 2

最大馈液体积：滴定过程中单次加入滴定液的所能达到的最大体积值。也是到达控制点之前的单次馈液体积。

输入范围（ 0.001~5mL，精度 0.001 ） 默认值 0.300

最小馈液体积：滴定过程中单次加入滴定液的所能达到的最小体积值。也是滴定过程中控制点至终点的单次馈液体积。

输入范围（ 0.001~1mL，精度 0.001 ）                      默认值 0.020

漂移稳定阈值：单位时间（采样周期）内测量信号的变化幅度（极差）与时间段的比值，即在滴定过程中确定反应进行完全，判断系统是否达到平衡状态的限度值。

输入范围（ 0.1~100mV/min，精度 0.1 ）                      默认值 30

单调性：判断滴定曲线的单调性，即判断滴定过程中电极 pH（电位）的递增或递减。

输入范围（ 下降；关闭；上升 ）                      默认值 关闭

终点：停止滴定进程的设定值。

输入范围（ 0~±2000mV 或者 0~20.00pH）

控制点：滴定进程中馈液进入减速阶段起始点的设定值。

输入范围（ 0~±2000mV 或者 0~20.00pH）

终点判定方式：设定终点判定方式，是以终点设定值为终点判定，还是启动区间范围作为终点判定。

输入范围（ 终点判断；区间判断 ）                      默认值 终点判断

注：滴定终止条件优先级，安全体积=安全时间>终点判定方式

稳定时间：当测量值大于等于终点设定值，且保持大于等于终点值状态的连续时间。

输入范围（ 0~9999s ）                      默认值 20s

值域起点：启用区间判断时，维持电极测量值所在稳定区间范围的起点。

输入范围（ 0~±2000mV 或者 0~20.00pH）

值域终点：启用区间判断时，维持电极测量值所在稳定区间范围的终点。

输入范围（ 0~±2000mV 或者 0~20.00pH）

计算参数：设定样品方法中的计算公式，结果单位以及结果保留位数。一个方法中最多可以输入三个计算公式。计算公式中 V+数字 n，n 的输入范围（1~11），代表把第 n 个等当点的体积代入到公式计算。公式界面中的所有蓝色按键均可点击实现输入功能。

公式 1, 2, 3:

## ◇ 水分测量滴定

最小馈液量（ $\mu\text{L}$ ）：滴定过程中单次加入滴定液的所能达到的最小体积值。也是滴定过程中终点滴定阶段加入单次馈液体积。

输入范围（3~20 $\mu\text{L}$ ）                      默认值 5

注：为确保终点能及时停住，应当确保最小加液体积 $\geq$ 测量漂移值 D 与终点延时乘积的两倍。

终点延时：停止判断条件，维持超过终点测量值后的时间段。

输入范围（0~99 s）                      默认值 8

漂移稳定时间：测量漂移值（D）的测量稳定时间。

输入范围（1~9999s）                      默认值 240

极化电压：施加给水分电极两端铂针的恒定电压。

输入范围（0~2500s）                      默认值 100

安全体积：在一次滴定过程中，总馈液量的上限值。若从开始滴定时起，总馈液量已经到达设置安全体积，则将停止滴定。

输入范围（1~99mL）                      默认值 50

安全时间：在一次滴定过程中，第一次到达终点值后至强制终止实验进程的等待时间。

输入范围（1~60000 s）                      默认值 9999

预混时间：在本次测定过程中，进行滴定液馈送之前（在“启动”后生效），搅拌器电机旋转的时间段。通过预混合使样品在溶剂中充分溶解。

输入范围（0~9999s）                      默认值 5s

计算参数：设定样品方法中的计算公式，结果单位以及结果保留位数。一个方法中最多可以输入三个计算公式。计算公式中 V+数字 n，n 的输入范围（1~11），代表把第 n 个等当点的体积代入到公式计算。公式界面中的所有蓝色按键均可点击实现输入功能。

公式 1：标定计算公式位。

$$M \times S / 100 / (V1 - D \times t / 1000 / 60)$$

公式 2：样品水分含量计算公式位。

$$(V1 - D \times t / 1000 / 60) \times T / M \times 100$$

公式 3：无效公式位。

#### 4.9 样品测量

操作者可以通过该项调用样品方法，填写样品信息和实验信息之后进行滴定实验。

方法名称:	<input type="text" value="氢氧化钠标定"/>	
样品名称:	<input type="text" value="氢氧化钠标定"/>	
样品批号:	<input type="text" value="2021041201"/>	
样品单位:	<input type="text" value="mg"/> 样品量: <input type="text" value="158.9"/>	
实验备注:	<input type="text"/>	
关于公式:	<input type="button" value="公式修改"/>	

管理员: 邓昊

X2020015

2021年04月14日 15:50:40

注：默认选择上一次载入样品方法。样品测量界面默认载入样品方法与方法设定界面同步。

操作者在此界面优先从方法列表中选择实验方法，填写样品名称、样品批号、样品量（称样量）、样品单位，实验备注（选填）。

注：样品名称会优先同步载入方法名称，如有需要用户可自行输入更改样品名称。

注：样品量也可在滴定结束之前，在滴定界面输入。

若无需修改实验信息（滴定液浓度，空白体积等）可直接点击“启动滴定”开始滴定。

若需要修改实验信息则点击“公式”，可查看计算公式 1、结果单位、保留位数，修改包括滴定液浓度（C）、空白体积（B）、滴定度（T）、水分（S）等实验信息，确认无误后可“启动滴定”。

方法名称:	氢氧化钠标定	  	
样品名称:	公式1		
样品批号:	公式2		
样品单位:	公式3		9
实验备注:			
关于公式:			

管理员:邓昊

X2020015

2021年04月14日 15:51:29

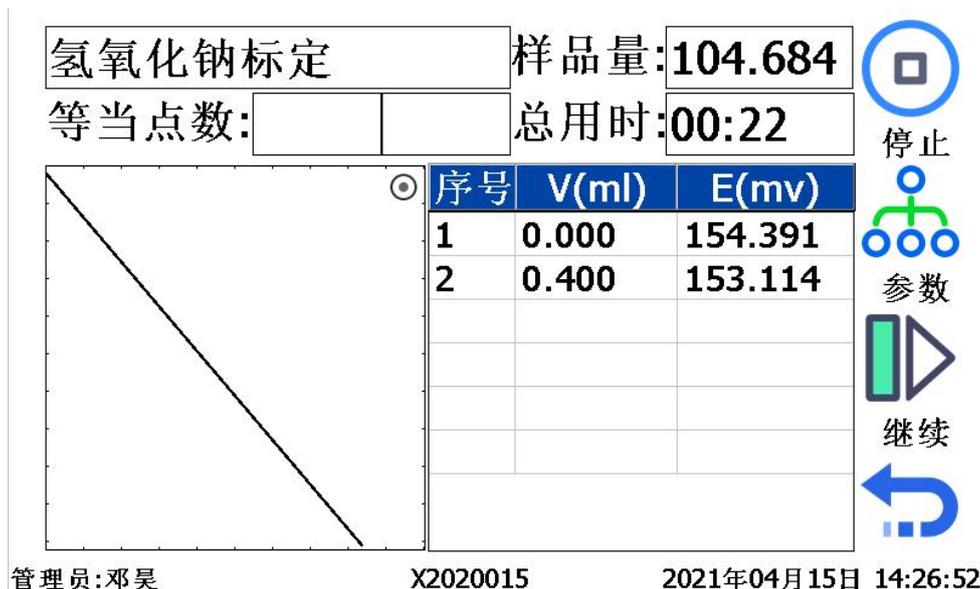
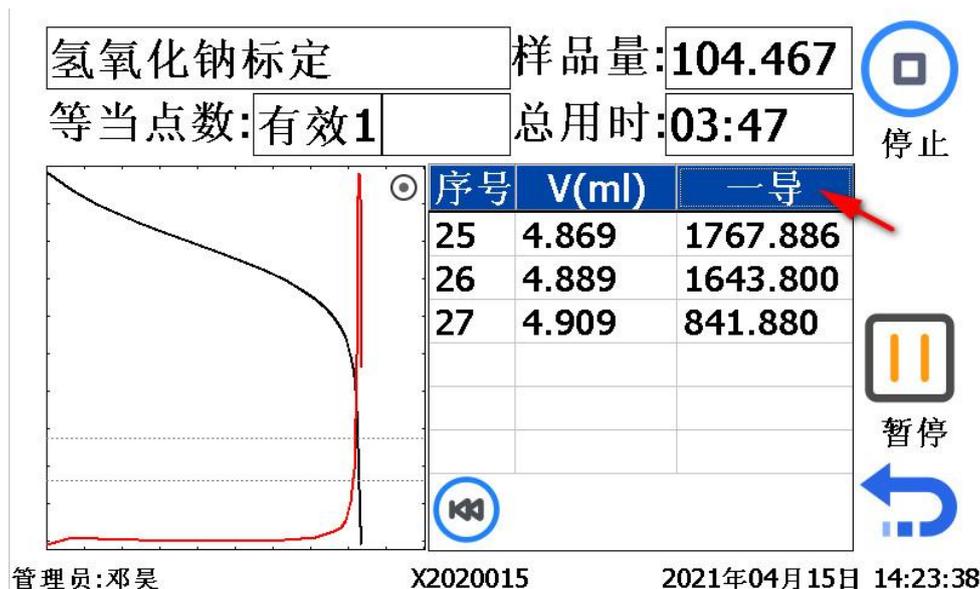
注: 该界面设定的实验参数会同步保存到对应的方法设置中, 方便下一次实验连续滴定。

在滴定界面上方显示当前执行滴定方法的名称, 样品的称样量, 识别等当点个数 (包含有效和无效), 滴定总用时。

界面右侧功能按键有“停止实验”, “暂停实验”, 在样品滴定过程中点击暂停, 可使滴定管馈液暂停, 同时会显示“修改参数”与“继续滴定”两个按键, 在暂停状态下, 点击“参数”可在测定运行过程中修改当前载入的方法参数, 修改后的方法参数在点击“继续”后立即生效。

滴定界面下方则显示多种滴定曲线和滴定过程数据列表, 通过点击数据列表中测量信号的表头按键切换曲线和测量信号的显示。

注: 样品量必须在至滴定过程终止之前填写完成, 否则以“无结果”作为本次实验结果。



滴定完成后根据“报告设置”的设定自动生成实验报告。

#### 4.10 数据管理

操作者可以在该项对实验数据进行检索，浏览数据，实验结果重新计算，多个数据统计，实验数据导出，数据删除等操作。

数据管理界面默认显示近期的 200 条实验数据。

点击实验数据列表表头可切换列表显示内容，可切换为方法名称，样品名称，样品批号，实验结果，实验员，实验时间，方法名称。

数据检索，操作者可以通过数据生成时间来完成粗略筛选，还可以把数据五

项显示项目（样品名称，样品批号，实验员，实验时间，方法名称）中的一项设定为关键词实现精确检索。

查询

2021 01 01 至 2021 04 19

氢氧

方法名称	结果
<input type="checkbox"/> 氢氧化钠标定	1:0.10488 mol/L
<input type="checkbox"/> 氢氧化钠标定	1:0.10520 mol/L
<input type="checkbox"/> 氢氧化钠标定	1:0.10503 mol/L
<input type="checkbox"/> 氢氧化钠标定	1:0.10521 mol/L
<input type="checkbox"/> 氢氧化钠标定	1:0.10494 mol/L
<input type="checkbox"/> 氢氧化钠标定	1:0.10487 mol/L

查看

统计

导出

管理员: 邓昊 X2020015 2021年04月15日 15:08:36

注：数据管理所有界面数据显示上限均为 200 条。若用户检索数据超出 200 条，会提示数据溢出的警告，请更改关键词缩小检索范围，或者继续显示前 200 条数据。

查看数据 选取数据列表中的实验数据完成勾选锁定，点击“查看”，浏览实验数据中详细信息。

报告界面中心为报告内容显示区域，右侧为“复核”，“审批”，“打印”，“返回”功能按键。界面下端依次是“查看滴定曲线”，“二维码分享”“翻页”功能按键。

-----滴定结果-----

仪器编号: X2020015  
 报告编号: 9  
 滴定管编号: 09950770  
 实验员: 邓昊  
 实验室名称: 北京先驱威锋  
 实验室地址: 北京  
 方法名称: 氢氧化钠标定  
 样品名称: 氢氧化钠标定  
 样品批号: 20210415  
 样品量: 104.467 mg  
 等当点1: 4.8785ml E(mv): -124.8870

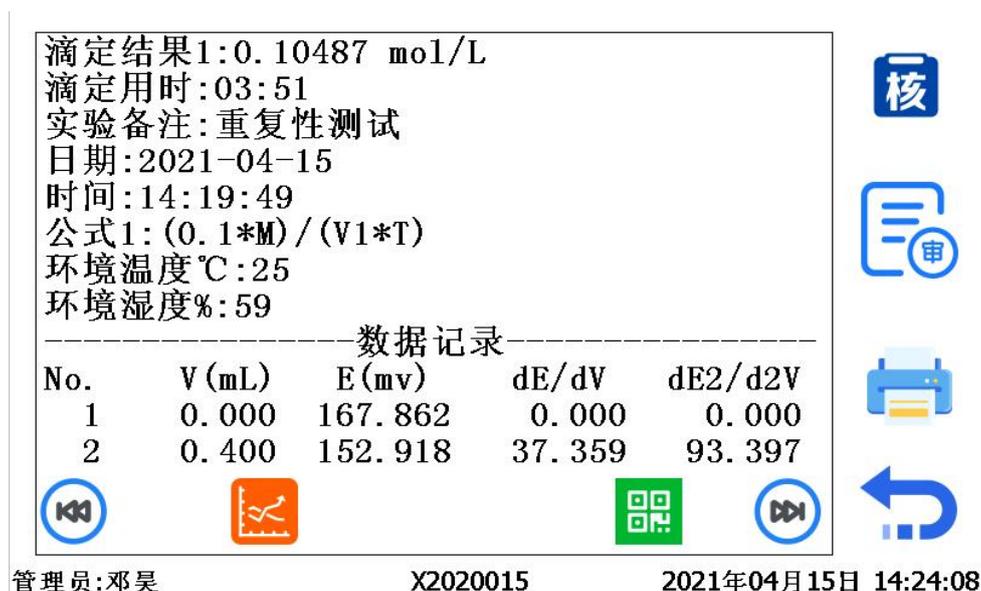
核

审

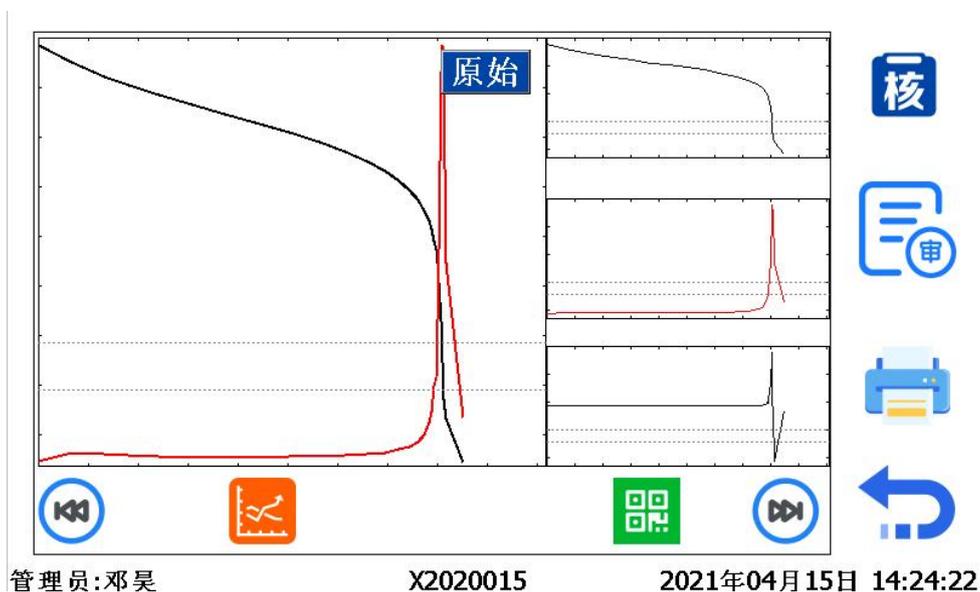
打印

返回

管理员: 邓昊 X2020015 2021年04月15日 14:23:52



点击“”按钮可查看实验的三种滴定曲线。点击“”通过微信扫描屏幕生成的二维码可将实验数据分享于微信中查看。点击“”和“”实验报告翻页功能。



注：查看数据中显示内容为“报告设置”项中选定的内容。

统计 在数据列表中双击选中多个实验数据点击“统计”自动生成多个数据的统计报告，对数据进行统计分析所使用的计算公式在“统计设置”项设定。

注：统计相对偏差时，相对偏差结果并不显示在统计计算部分，而是显示在每个实验信息滴定结果后面。



2021 01 01 至 2021 04 19

查询



查看

	时间	结果
<input checked="" type="checkbox"/>	2021-04-15 14:50:55	1:0.10488 mol/L
<input checked="" type="checkbox"/>	2021-04-15 14:46:00	1:0.10520 mol/L
<input checked="" type="checkbox"/>	2021-04-15 14:38:48	1:0.10503 mol/L
<input type="checkbox"/>	2021-04-15 14:32:25	1:0.10521 mol/L
<input checked="" type="checkbox"/>	2021-04-15 14:26:28	1:0.10494 mol/L
<input checked="" type="checkbox"/>	2021-04-15 14:19:49	1:0.10487 mol/L



统计



导出

管理员: 邓昊

X2020015

2021年04月15日 15:03:34

统计计算

统计个数: 5  
 公式1  
 平均值: 0.104984  
 极差: 0.00033  
 相对极差: 0.3143336%  
 平均偏差: 0.0001048  
 相对平均偏差: 0.0998247%  
 标准偏差: 0.0001365  
 相对标准偏差: 0.1300198%  
 平均值的标准偏差: 0.0000610






核



审

管理员: 邓昊

X2020015

2021年04月15日 15:03:52

数据导出 将外部记忆卡（U 盘）插入接口，等待大约 10 秒钟系统完成识别，在数据管理界面勾选待导出的实验数据，再点击“导出”，界面弹出操作提示，点击“确认”仪器会将数据库中全部数据备份至 U 盘:\xqwf\backup\3 路径，若点击提示框中的“返回”，则将备份已勾选的实验数据为 txt 文件保存至 U 盘:\xqwf 路径。提示导出成功后即可拔出外部记忆卡（U 盘）。

2021 01 01 至 2021 04 19

氢氧

查询

方法

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

确认要导出全部数据吗?

查看

统计

导出

管理员: 邓昊 X2020015 2021年04月15日 15:13:16

2021 01 01 至 2021 04 19

氢氧

查询

方法

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

氢氧化钠标

导出成功

查看

统计

导出

管理员: 邓昊 X2020015 2021年04月15日 15:13:39

注：实验数据以 txt 格式导出。

数据删除 勾选待删除的实验数据，点击“删除”会弹出删除警告，再次确认即可删除选中数据。

注：审计追踪版没有删除实验数据的功能。

## 5.实验操作

本章节简要描述某单个样品的实验测定流程，包括滴定之前的准备，样品方法的载入，样品准备，样品信息的录入，实验信息的录入，启动滴定过程中的控制，滴定终止后数据计算并生成报告。若需详细仪器操作请用户参看第4章节。

### 5.1 实验之前的准备

1. 开机检查仪器各部件均已正确连接且这些仪器处于待机状态。
2. 根据样品实验需要预先准备好滴定剂，清洗滴定管并将滴定剂充满滴定管。
3. 根据样品实验反应类型选择正确的电极搭配，并将电极与对应电极接口正确连接。

注：电极搭配，可通过“方法设置”界面选择对应样品方法查看推荐电极备注。

### 5.2 样品方法载入

操作者可以使用两种方式载入样品方法。

1. 通过“样品测量”界面，在“方法名称”选项框中直接选择样品方法完成方法载入。

2. 通过“方法设置”界面，在“方法选择”选项框中选择样品方法完成方法载入，同时可以修改方法参数，确认无需修改后，返回主界面，再选择“样品测量”，该界面载入方法默认与“方法设置”界面同步，无需再次选择载入方法了。

注：样品测量与方法设置的载入方法是同步的，同时都默认载入上一次实验样品方法。

### 5.3 样品准备

1. 根据实验要求称量适量样品加入滴定杯(100mL 烧杯)中记录称样量(减重法称量)。
2. 根据实验要求向滴定杯中添加适量溶剂，放入搅拌转子。
3. 将滴定杯放置到搅拌器位置，启动搅拌使样品完全溶解于溶剂待用。

注：适当调节搅拌器转速，使滴定杯中液面有明显旋涡但是无气泡产生。

4. 将电极和馈液头浸入滴定杯溶液中。

注：电极参比络（砂芯）要浸入在液面以下，注意电极与转子之间的距离防止打碎电极，溶剂较少时可适量添加一些溶剂并用空白实验校正。

#### 5.4 输入样品信息

在“样品测量”界面的第一页可以输入样品名称，样品批号，样品量（称样量），样品单位。

实验备注为选填项目，若样品实验有特殊的备注可填写此输入框，并在“打印设置”中设定打印此项。

若实验信息无需修改可在此界面点击“启动滴定”直接进入滴定界面。

注：样品名称输入框默认输入方法名称，用户可自行更改。

注：样品量必须在至滴定过程终止之前填写完成，否则以“无结果”作为本次实验结果。

#### 5.5 实验信息

若用户需要查看或修改实验信息可点击样品测量界面中“实验信息”按键跳转“公式1”编辑界面，查看并修改计算公式1中的实验信息。如有需要查看计算公式2，计算公式3中的实验信息，可返回“方法设置”中设定。

在“公式1”编辑界面，用户可以查看计算公式1，结果单位，保留位数，等是否正确。用户在此界面还可以设置滴定液浓度（C）、空白体积（B）、滴定度（T）、水分（S）等实验信息，该页数值会同步保存到样品方法中，确认无误后确认保存并返回上一页，可“启动滴定”进入滴定界面。

#### 5.6 滴定过程

在滴定界面点击“滴定”仪器开始按照载入样品方法设置开始执行馈液，在连续馈液过程中收集传感器信号根据导数阈值识别等当地点。

滴定界面右侧下方实时显示滴定过程数据包括馈液体积，测量值（电位 mV 或者 pH 值），一阶导数值，二阶导数值。根据滴定过程数据实时绘制的滴定曲线，一阶导数曲线，二阶导数曲线（可选），显示在滴定过程数据左侧。

在滴定过程中也可以实时修改方法滴定参数操作如下：

1. 点击“暂停”馈液系统暂停馈液，搅拌系统正常搅拌。
2. 滴定暂停状态下点击“方法”可修改当前载入方法中的某些参数。
3. 修改完成后，返回滴定界面点击“继续”，使仪器执行新的样品方法参

数。

注：滴定过程中修改样品方法为临时性修改滴定完成后并不保存到样品方法设置中。

滴定进程终止判断分为以下三种：

1. 值域判断：当测量值到达值域设定的上限时终止滴定，同时在值域之间选取等当点参与结果计算。

2. 安全体积：当滴定总馈液体积（没有找到等当点）到达安全体积设定值时终止滴定。

3. 等当点个数：在滴定过程找到设定个数的等当点后，为保证滴定曲线的完整和计算准确存在过量馈液过程，该过程受“终止方式”参数所控制，完成后终止滴定选取等当点参与结果计算。

滴定进程终止判断优先级：安全体积 > 值域判断 > 等当点个数。

在滴定过程中可以点击“停止”，再次确认停止提示之后可手动终止滴定实验，实验无结果。

注：实验过程中出现仪器故障可快速点击触摸屏左侧的“急停”按钮，对仪器紧急断电。再次复按“急停”按钮才可加载电源重新启动系统。

## 5.7 结果计算

当滴定终止之后自动跳转并计算生成报告界面，该报告显示内容由“报告设置”项设定，统计部分由“统计设置”项设定。

报告界面可以直接打印，也可以对实验结果进行重新计算。

在“数据管理”界面可以对所有已完成的样品实验数据进行更多操作。

## 5.8 关机

完成所有滴定任务后，清洗滴定管，在仪器处于待机的状态下关闭主机电源。

## 6. 终点滴定

终点滴定是一种滴定至预设终点的不过量滴定。使用电位滴定的方式馈液，监测滴定溶液中的 pH 值（或者电位）的变化，滴定达到预先设定的 pH 值（或者电位）且满足稳定条件后立即终止。

为了获取准确的滴定终点，在终点滴定之前必须对电极进行校正，使电极检测到的 pH 值（或者电位）信号是准确的，减小滴定结果的误差。电极校正操作方法见 4.6.5。

### 示例一：酱油中氨基态氮和总酸的含量测定 实验方法

称量 5.0 g(或吸取 5.0 mL)试样于 50 mL 的烧杯中，用水分数次洗入 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，混匀后吸取 20.0 mL 置于 100 mL 烧杯中，加 50 mL 水，设置实验参数（测量单位为 pH 值），启动实验，调节适当转速。用（0.050mol/L）氢氧化钠标准溶液滴定至 pH 为 8.2，记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数，计算总酸含量。

根据“暂停方式”的设置（终点后暂停），在第一段实验结束并暂停时加入 10.0 mL 甲醛溶液，混匀。在点击“继续”，启动第二段实验用（0.050mol/L）氢氧化钠标准滴定溶液继续滴定至 pH 为 9.2，记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数。计算氨基态氮。

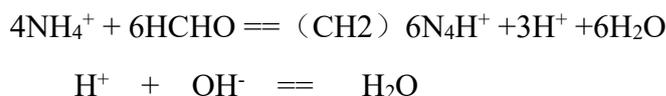
同时做试剂空白试验，取 70 mL 水，先用（0.050mol/L）氢氧化钠标准溶液滴定至 pH 为 8.2，暂停后再加入 10.0 mL 甲醛溶液，继续滴定用（0.050mol/L）氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH 为 9.2。

### 实验原理

该实验为多段连续的终点实验，实验第一阶段终点 pH 为 8.2，为总酸的终点，暂停后加入 10mL 甲醛溶液后，继续滴定第二阶段终点 pH 为 9.2，为氨基态氮终点。

**总酸：**酱油中含有多种有机酸，用氢氧化钠标准溶液滴定，以酸度计测定终点，结果以乳酸表示。

**氨基态氮：**利用氨基酸的两性作用，加入甲醛以固定氨基的碱性，使羧基显酸性，用氢氧化钠标准溶液滴定后定量，以酸度计测定终点。反应方程式如下：



## 实验电极

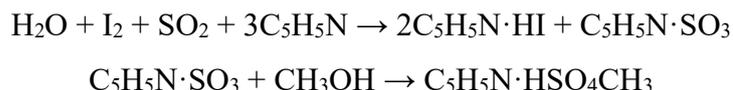
复合 pH 电极——填充液为饱和氯化钾水溶液。

## 终点滴定参数（样品）

终点个数	2	安全体积 mL	50	安全时间 min	5
测量单位	pH	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	30	预混时间 s	5	预加液体积 mL	0（可改）
缓启动馈液体积 mL	0	最小等待时间 s	5	最大等待时间 s	15
最大馈液体积 mL	0.3 空白 0.05	最小馈液体积 mL	0.02 空白 0.01	漂移稳定阈值	30
单调性	关闭	终点	8.20	控制点	7.00
终点判定方式	终点判断	稳定时间 s	20	区间终点	8.30
区间起点	8.10				
2 测量单位	pH	2 搅拌方向	顺时针	2 搅拌速度	500
2 滴定速度	30	2 预混时间 s	5	2 预加液体积 mL	0 看需要
2 缓启动馈液体积 mL	0	2 最小等待时间 s	5	2 最大等待时间 s	15
2 最大馈液体积 mL	0.3 空白 0.05	2 最小馈液体积 mL	0.02 空白 0.01	2 漂移稳定阈值	30
暂停方式	终点后暂停	2 单调性	关闭	2 终点	9.20
2 控制点	8.30	2 终点判定方式	终点判断	2 稳定时间 s	20
2 区间终点	9.30	2 区间起点	9.10		
公式 1 参数	$\text{总酸} = \frac{(V1 - B) \times c \times 0.090}{5 \times V_3} \times 100$		空白 B=0.02（总酸的空白） 浓度 C=0.05（滴定液实际浓度） 水分 S=0 滴定度 T=		
	结果单位	g/100g	结果小数	3	
公式 2 参数	$\text{氨基态氮} = \frac{(V2 - B) \times C \times 0.014}{5 \times V_3} \times 100$		空白 B=1.42（氨基态氮的空白） 浓度 C=0.05（滴定液实际浓度） 水分 S= 滴定度 T=		
	结果单位	g/100g	结果小数	3	

## 7.卡尔费休容量法滴定

卡尔费休（水分）容量法滴定原理是水参与碘、二氧化硫的氧化还原反应，在吡啶和甲醇存在的情况下，生成氢碘酸吡啶和甲基硫酸吡啶，其反应如下：



由上述反应可以看出，1 摩尔  $\text{I}_2$  与 1 摩尔  $\text{H}_2\text{O}$  为当量反应，其反应分子比为碘：二氧化硫：吡啶=1：1：3。卡尔费休容量法其本质是一个物理滴定的过程，系统中使用自动滴定注入器，将已知浓度的卡尔费休试剂注入含有待测试样的滴定池中，卡尔费休试剂和试样中的水分产生定量的化学反应，待检测电路测得反应终点信号时，精密注入器停止注入卡尔费休试剂，根据滴定反应中所消耗的卡尔费休试剂量乘以卡尔费休试剂的滴定系数，便可以计算出待测试样中水分的含量。

卡尔费休（水分）容量法滴定总体可以分为四个步骤，水分预滴定，水分漂移，水分标定，水分样品（测量）。

水分预滴定的作用是除去滴定杯中无水甲醇中的水分，维持无水的滴定环境。

水分漂移是通过设定时间段维持再平衡所消耗的滴定试剂体积，计算单位时间内实验环境（空气）中水分对实验的影响，即漂移值  $D$ ，单位  $\mu\text{L}/\text{min}$ 。漂移值  $D \times$  实验时间  $t =$  水分实验的空白。

水分标定是通过加入已知质量的基准物，来确定卡尔费休试剂的滴定度（浓度）。

水分样品（测量）加入样品完全溶解后，测定样品水分含量。

在进行卡尔费休水分滴定之前要满足两个先决条件，第一个是实验环境条件，这里更多指的是密闭滴定杯中的内环境，漂移值小于  $20\mu\text{L}/\text{min}$ （卡试液滴定度  $3\sim 5\text{mg}/\text{mL}$ ）才能使实验结果误差较小，漂移值越小实验的重复性与重现性越好。

第二个先决条件是样品中的水分可以被完全释放出来（样品完全溶解）。

为准确检测样品中的含水量，样品中的水分需要充分释放出来。水分子只有进入到卡尔费休溶液中才能参与反应。额外的辅助溶剂可被用于充分溶解样品，这些辅助溶剂本身的含水量越低越好。在这种使用混合溶剂的情况下，至少确保30%的溶剂是醇类。如甲醇，以使卡尔费休反应遵守其原本的化学反应关系。

下表显示了不同样品种类采用的不同溶剂，及其最大使用量。

常用助溶剂与适用样品表

溶剂	最大使用比例	适用样品
甲醇	100%	试剂：丙酮、二氧六环、乙醇、酯。 有机产品：尿素，水杨酸。 食品：蜂蜜，奶酪，饮料。 化妆品：香皂、面霜，乳膏。
氯仿	70%	石化产品：原油，液压油，变压器油，酯。
正癸醇	50%	油品：食用油，按摩油，精油。 石化产品：汽油，柴油，煤油。 药品：软膏剂，乳膏剂。
辛醇		
己醇		
十二烷醇		
甲苯	50%	蜡，焦油，栓剂。
甲酰胺	50%	糖类：果冻，焦糖。 淀粉类产品：面粉，谷物，面条薯片。

卡尔费休滴定中，溶剂的溶解性至关重要，如果溶剂失去溶解能力，样品中的水分将无法释放，并导致错误的检测结果，结果可能偏小。因此需要及时并定时更换溶剂。

如二水合酒石酸钠在甲醇中溶解度低，经过三次标定后需要及时更换溶剂（甲醇）。

## 水分实验操作

### 实验之前的准备

1. 更换并检查水分专用滴定杯是否干燥，密闭性是否良好。
2. 根据样品实验需要预先准备好适当浓度的卡尔费休滴定剂，清洗滴定管并将滴定剂充满滴定管，排掉滴定管中旧的滴定液。
3. 检查电极状态，双铂电极的两个铂针不能连在一起（防止电极短路），将双铂电极与水分专用 IMU 解码器连接，电极导线与数字信号接口（航空接口）

正确连接。

注：当前水分电极未连接或者连接错误时，用户无法调用“水分测量”方法或设定水分方法参数，请检查连接电极。在滴定界面，水分电极正常工作时 LED 指示灯间隔 2 秒闪烁绿灯；异常状态 LED 指示灯常亮或者不亮。指示灯红色为电极故障。

4. 在滴定杯中加入 40ml 左右无水甲醇和一个搅拌子。根据实验样品溶解度可适当调整加入无水甲醇的量。

5. 确认双铂电极的铂针与滴定管的滴定头都在溶剂的液面以下，查看滴定管的白色防扩散滴定头是否通畅（会因结晶堵死或者脱落影响滴定精度）。

## 水分漂移

操作者可以使用两种方式载入水分标定方法见 5.2

1. 水分实验先选择“水分测量”方法，确认后进入滴定界面仪器自动开启预滴定，将滴定杯中溶剂（甲醇）的残留水分消耗掉。

平衡状态	样品量	10	 预滴定
测量漂移	15.06	滴定度	

漂移	标定	样品
----	----	----

消耗总体积: 0.000mL  
 实时漂移值: 0.00uL/min  
 实时电流值: 29.27uA  
 消耗总时间: 7.004s

实验员: 邓昊
X2020026
2021年04月15日 16:19:15

2. 根据“当前状态栏”显示，在完成预滴定后，操作者可以点击“漂移”，仪器会自动按照参数“漂移稳定时间”进行滴定（默认漂移时间 240s）完成后计算生成测量漂移值。该测量漂移值会参与后续样品水分含量的计算。

注：测量漂移值可多次测量，仪器会自动记录最后一次测量漂移值参与后续计算。

注：再次进入滴定界面时，系统会自动调用上一次水分实验的“漂移值”与“滴定度”，启动测量后会以新的测量值替换掉。

## 水分标定

3. 水分滴定界面，根据“当前状态栏”显示，在维持预滴定（水分平衡）状态，点击“标定”跳转到标定信息界面，输入标定基准物信息后，点击“进样”，进样字体变红，馈液系统将暂停，等待操作者取适量（水分含量在 5~20mg）水分标定基准物加入滴定杯中完成进样（填写称样量），进样完成或基准物完全溶解后，点击“启动”仪器开始馈液启动水分标定实验。在水分标定实验终止之前，都可以在滴定界面点击样品量输入框完成称样量设定。

当前方法:	水	
基准物名称:	纯水	进样
水份含量%:	100	
基准物单位:	mg	称样量: 10
实验备注:		启动
关于公式:		
		
		

实验员:邓昊

X2020026

2021年04月15日 15:05:15

4. 完成水分标定后，系统会自动统计标定结果取平均值参与后续样品水分含量计算。

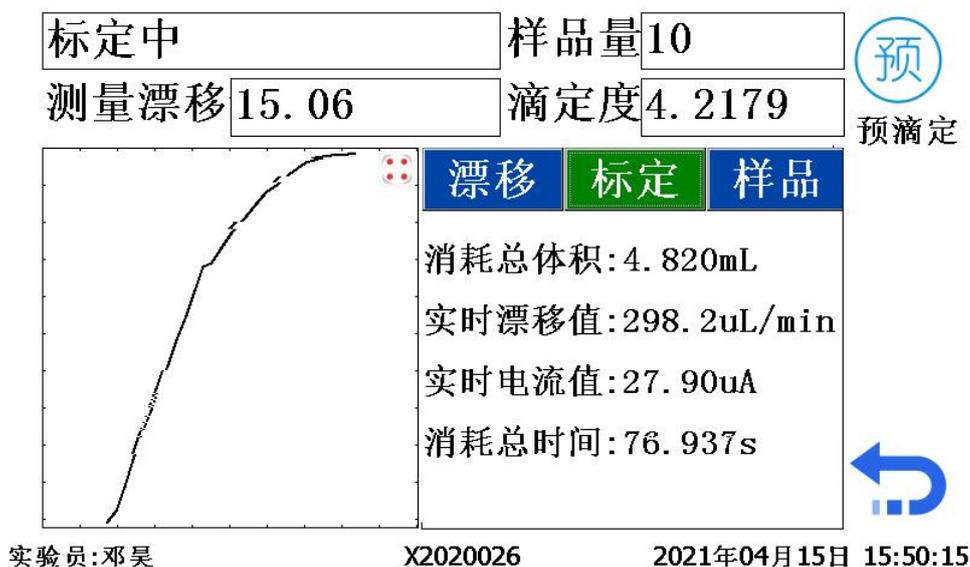
注：自动统计会筛选进入“水分测量”方法滴定界面后的多个实验结果一同统计，退出滴定界面后的实验结果不会一起自动统计。若需要对自动统计过程中涉及到的数据进行取舍，可在滴定信息界面点击“”统计键，跳转到“数据管理”界面，在“数据管理”界面查询并手动选取水分标定数据“统计”后替换掉不准确的标定值。

注：常见水分标定基准物包括纯水、二水合酒石酸钠、标准水样品（具有计量证书）等，操作者需要根据使用基准物的标签设定水分含量以百分含量计。

因为卡尔费休滴定液化学性质不稳定，每天使用之前都应对其浓度进行标定。

## 样品水分含量

5. 完成水分漂移与水分标定后，操作者在水分滴定界面，根据“当前状态栏”显示，处于维持预滴定（水分平衡）状态后，点击“标定”跳转到样品水分测量信息界面，输入样品信息后，点击“进样”，进样字体变红，馈液系统将暂停，等待操作者取适量（水分）样品加入滴定杯中完成进样（填写称样量），进样完成或样品完全溶解后，点击“启动”仪器开始馈液启动样品水分含量实验。在样品水分含量实验终止之前，都可以在滴定界面点击样品量输入框完成称样量设定。



滴定过程中，滴定界面的上方显示系统当前的滴定状态，样品的称样量，参与计算的测量漂移值与滴定度（平均值），滴定时间（“进样”开始计时）。界面左侧为滴定时间与滴定体积的实时曲线，右侧实时更新显示滴定液消耗体积、实时漂移值（不参与样品计算）、实时电流值、滴定总用时。

某物质水分样品实验完成后，若另一个待测样品在当前溶剂中溶解度无问题，可继续该待测样品的水分实验，无需更换溶剂。

样品水分含量的计算会自动调取测量漂移值和水分标定值（平均值）参与计算。所以在做水分样品实验之前，要先完成水分漂移与水分标定实验。

注：若实验进行中，溶解度较小，样品无法溶解时，需要更换溶剂（无水甲醇）。更换溶剂之后，需要在水分标定界面重新测量漂移值。因为溶剂中带有水分会使滴定内环境发生变化。

6. 在滴定界面点击“返回”会回到方法选择界面，系统会停止预滴定，在方法选择界面点击“返回”会回到仪器主界面。

### 实验结束后

1. 退出水分滴定界面（停止预滴定），使用进排液器将滴定杯中溶剂排到废液瓶中。
2. 将滴定管进液管插入无水甲醇中，使用无水甲醇清洗滴定管，并将清洗废液排入废液瓶中。
3. 将水分双铂电极拆下擦拭干净，放入电极盒中保存。
4. 关机，在仪器处于待机的状态下关闭主机电源。

### 其他注意事项

1. 测定操作宜在干燥处进行，建议相对湿度<65%。室温 15~30℃。
2. 干燥管中的分子筛应定期更换，一般 3 个月更换一次。新分子筛使用前在 180~200℃至少活化 24 小时，更换下的分子筛应用去离子水冲洗后进行活化。
3. 醛类和酮类样品会与甲醇反应产生水分，导致检测结果偏高。这类样品需要采用专用的卡尔费休试剂（代替甲醇使用）。用于检测醛酮类样品的水分检测。这类试剂被称为 K-试剂，其中含有了一种有别于甲醇的醇类物质。
4. 加入样品的绝对含水量建议在 10mg 左右，但加样量不建议超过 5g。

样品取样量的参考

预计的样品含水量 (%)	取样量 (mg)
0.1~0.5	500~1000
0.5~2	200
2~5	100
5~10	100
10~25	100
>25	100

5. 滴定完毕应及时用甲醇洗涤管路，以防滴管头及磨口和活塞处析出结晶以致堵塞且用甲醇浸没滴定管的滴头，防止滴定头被析出的结晶堵住。卡氏水

分仪的电极使用一段时期以后必须清洗。如被油状物污染，用适当的溶剂（三氯甲烷或正己烷）清洗；盐状沉淀用水冲洗后，再用甲醇或乙醇冲洗；如电极因长期使用退化（终点漂移），可以用去离子水或盐酸中超声几分钟，再用水或乙醇清洗。

6. 购买卡尔费休试液滴定度一般在 3~6 mg/mL 的范围内，如低于 2.5mg/mL，则须更换费休氏试液。在售的卡试液分为单组分与双组分卡试液两种，双组分卡试液需要用户临用时再次配置；单组分的卡试液可以开瓶直接使用也相对便宜一些。卡试液开瓶之后，受吸潮、光与氧化分解的影响滴定度会下降，化学性质变得不稳定，开瓶后尽快使用，不宜长时间放置。

7. 分析天平准确度需 0.01mg、无水甲醇需 AR 级。

8. 如果发现自动给排液系统不能正常给排液，应先检查自动给排液器是否正常运转。运转正常，下一步检查溶剂瓶和废液瓶瓶盖气密性看是否良好。

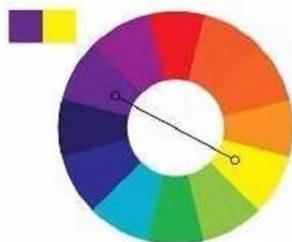
## 8.光度滴定

光度滴定法是通过指示剂颜色变化确认滴定终点的滴定方法。其核心部件是光度电极，通过采用光度电极实时检测溶液吸光度变化，来代替肉眼判断溶液颜色的变化，从而实现自动的终点判定。馈液控制方式为预加液接近指示剂变色终点（预留大约 1mL）后，以等量滴定的方式完成实验。

标配的光度电极（数字）上集成了包含红光（620nm）、绿光（520nm）、蓝光（470nm）3 个波长的入射光。实验前需要根据指示剂终点颜色（互补色原理）选择光度电极上吸光度最敏感的波长的入射光。

互补色原理：在色相环中成 180°角的两种颜色互为互补色。当指示剂终点颜色与光度电极入射光源为互补色时，在该光源波长下电极吸收信号最高。

互补色



实验操作

实验前准备

1. 滴定过程中，根据实验指示剂终点颜色，使用搅拌子或者磁铁触碰电极光源开关，切换电极至适当的波长的光源。

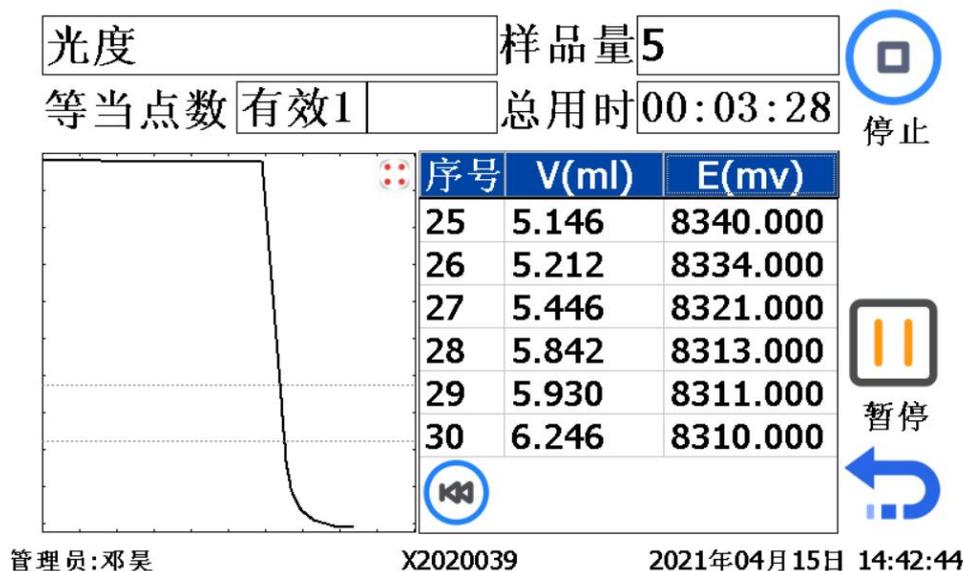
2. 光度电极校准，在不同指示剂终点颜色检测过程中，为确保测量值准确，需要实验进行预实验，校准光度电极在不同指示剂检测中的补偿系数。插入光度电极启动预实验，记录电极的起始测量值，终点测量值和消耗体积（用于预估预加液体积）。

光度	样品量	5	 停止
等当点数	总用时	00:00:09	

序号	V(ml)	E(mv)
1	0.000	8828.000

管理员: 邓昊
X2020039
2021年04月15日 14:39:25



3. 在方法设置界面，选择自定义的光度滴定方法，在点击“返回”键，进入光度电极校正界面，更改“当前起始值”为上一步的起始测量值，更改“当前终止值”为上一步终点测量值。

目标起始值:	<input type="text" value="200"/>	目标终止值:	<input type="text" value="120"/>
当前起始值:	<input type="text" value="8800"/>	当前终止值:	<input type="text" value="8300"/>
<b>计算</b>			
电位转化系数:	<input type="text"/>	<b>写入</b>	
电位转化偏置:	<input type="text"/>	<b>读取</b>	
温度阈值:	<input type="text" value="-500"/>		

管理员:邓昊      X2020039      2021年04月15日 14:45:15

4. 点击“计算”，计算光度电极补偿系数，再点击“写入”将补偿系数写入电极测量芯片。可点击“读取”检测电极补偿系数是否正确。

5. 在不同的指示剂实验环境中需要校准光度电极补偿系数，若已知当前指示剂补偿系数，可省略预实验，直接写入补偿系数。

### 样品实验操作

1. 在方法设置界面，调用“光度滴定”方法，设定“预加液体积”（根据预实验消耗体积）、“最大馈液体积”与“最小馈液体积”（推荐都设置为 0.05mL），返回主界面。

2. 在样品测量界面，调用“光度滴定”方法，完成样品信息，确认电极选择波长正确后，启动实验。

3. 光度法滴定控制参数与动态等当点参数定义相同，详细参数定义见 4.8。

## 9.反应类型与示例

### 酸碱滴定法

利用酸、碱之间质子传递反应的滴定称为酸碱滴定法，过去称为中和法。该方法主要用于酸、碱的测定，在一些特殊情况下也可用于一些非酸、碱的物质的测定。例如：强酸形成之锌盐在中性溶液中与硫化氢作用，生成硫化锌沉淀，释出的酸用碱滴定，可测定锌的含量；醇类化合物在吡啶溶液中与氯乙酰作用形成可滴定的酸，用于醇的测定等。

#### 示例二：盐酸金刚烷胺含量测定

##### 实验方法

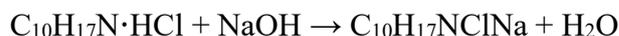
取本品约 0.15g，精密称定，加 0.01mol/L 盐酸溶液 5ml 与乙醇 50ml 使溶解。照电位滴定法用氢氧化钠（0.1mol/L）滴定液滴定，出现第一个突跃点时记下消耗毫升数  $V_1$ ，继续滴定至出现第二个突跃点时记下消耗的毫升数  $V_2$ ， $V_2$  与  $V_1$  之差即为本品消耗滴定液体积。每 1ml 氢氧化钠（0.1mol/L）滴定液相当于 18.77mg 的  $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$

##### 氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）标定

称取基准邻苯二甲酸氢钾约 160mg 置于 100ml 烧杯中加水 50ml 完全溶解。用氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)滴定至终点。每 1ml 的氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)相当于 20.42mg 的邻苯二甲酸氢钾。

##### 实验原理

盐酸金刚烷胺中含有一分子 HCl，显酸性。可与氢氧化钠发生定量反应，在化学反应等当点处有明显电位突跃，计为反应终点。



##### 实验电极

复合 pH 电极——填充液为饱和氯化钾水溶液。

##### 动态滴定参数（样品）

测量单位	电位	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	15	预混时间 s	5	预加液体 积 mL	0

缓启动馈液体积 mL	0	最大馈液体积 mL	0.4	最小馈液体积 mL	0.02
漂移稳定阈值	30	最小等待时间 s	3	最大等待时间 s	10
预期电位变化 mV	5	安全体积 mL	20	导数阈值	100
导数终止阈值	80	等当点个数	2	值域起点	0
值域终点	0	单调性	关闭	终止方式	缓慢停止
公式 1 参数	$\frac{C_{\text{标定}} \times T \times (V_2 - V_1)}{0.1 \times M \times (1 - S)} \times 100$		空白 B= 浓度 C=0.0997 (滴定液实际浓度) 水分 S=0 滴定度 T=18.77		
	结果单位	%	结果小数	2	

## 动态滴定参数 (0.1mol/L 氢氧化钠标定)

测量单位	电位	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	15	预混时间 s	0	预加液体积 mL	0
缓启动馈液体积 mL	0.2	最大馈液体积 mL	0.4	最小馈液体积 mL	0.02
漂移稳定阈值	30	最小等待时间 s	3	最大等待时间 s	10
预期电位变化 mV	8	安全体积 mL	20	导数阈值	500
导数终止阈值	300	等当点个数	1	值域起点	0
值域终点	0	单调性	关闭	终止方式	缓慢停止
公式 1 参数	$\frac{0.1 \times M}{V_1 \times T}$		空白 B= 浓度 C= 水分 S= 滴定度 T=20.42		
	结果单位	mol/L	结果小数	4	

## 络合滴定法

利用络合物的形成及解离反应进行的滴定称为络合滴定法,因络合物改称为配合物,故又被称为配合滴定法,现国家标准仍称为络合滴定法。元素周期表中的绝大部分金属元素都可用络合滴定法测定,一价金属钠、锂和银的直接滴定已

有报道，但一价金属的络合滴定法大多数仍是间接的。络合滴定法在无机物分析中得到广泛应用。

### 示例三：水质硬度（Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>）

#### 实验方法

准确量取 50 mL 水样于 100 ml 烧杯中，用 2mol/L 氢氧化钠调节 pH=10 混匀，照电位滴定法用 0.01mol/L EDTA 滴定液至终点。

#### 实验原理

在 pH=10 的碱性环境中，乙二胺四乙酸二钠与钙、镁离子形成无色络合物。根据乙二胺四乙酸二钠溶液所消耗的体积，便可计算出水的总硬度。

#### 实验电极

指示电极：钙离子选择性电极

参比电极：饱和甘汞电极

#### 动态滴定参数（样品）

测量单位	电位	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	15	预混时间 s	0	预加液体积 mL	0
缓启动馈液体积 mL	0.1	最大馈液体积 mL	0.1	最小馈液体积 mL	0.01
漂移稳定阈值	30	最小等待时间 s	3	最大等待时间 s	10
预期电位变化 mV	8	安全体积 mL	20	导数阈值	300
导数终止阈值	300	等当点个数	1	值域起点	0
值域终点	0	单调性	关闭	终止方式	缓慢停止
公式 1 参数	以 CaCO <sub>3</sub> 计 mg/L = $\frac{c \times V1 \times 100.08}{50} \times 1000$			空白 B=	浓度 C=
	结果单位	mg/L	结果小数	水分 S=	滴定度 T=
					3

### 氧化还原滴定法

利用氧化还原反应进行的滴定称为氧化还原滴定法。根据所用的标准滴定溶液又可分为：高锰酸钾滴定法、重铬酸钾滴定法、溴量法、碘量法等。氧化还原滴定法是四种滴定法中应用最广的一种。

## 示例四：食用油中过氧化值含量

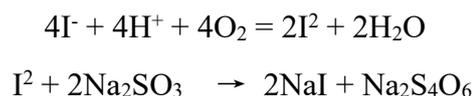
### 实验方法

称取中制备的油脂试样 5g 于电位滴定仪的滴定杯中，加入 50mL 异辛烷—冰乙酸混合液，轻轻振摇使试样完全溶解。如果试样溶解性较差，可先向滴定杯中加入 20mL 异辛烷，轻轻振摇使样品溶解，再加 30mL 冰乙酸后混匀。

向滴定杯中准确加入 0.5mL 饱和碘化钾溶液，开动磁力搅拌器，在合适的搅拌速度下反应  $60s \pm 1s$ 。立即向滴定杯中加入 30mL ~ 100mL 水，插入电极和滴定头，设置好滴定参数，用 0.01mol/L 硫代硫酸钠滴定液滴定。同时进行空白试验校正。

### 实验原理

试样溶解在乙酸和异辛烷溶液中，与碘化钾溶液反应生成碘单质。用硫代硫酸钠滴定析出的碘单质，在化学等当点处有明显的点位突跃，即为反应终点。



### 实验电极

指示电极：铂电极（213 型）；

参比电极：饱和甘汞电极（232 型）内充饱和氯化钾无水甲醇溶液。

### 动态滴定参数（样品）

测量单位	电位	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	15	预混时间 s	15	预加液体 积 mL	0
缓启动馈液 体积 mL	0.05	最大馈液 体积 mL	0.2	最小馈液 体积 mL	0.02
漂移稳定阈 值	30	最小等待 时间 s	3	最大等待 时间 s	10
预期电位变 化 mV	8	安全体积 mL	20	导数阈值	500
导数终止阈 值	300	等当点个 数	1	值域起点	0
值域终点	0	单调性	关闭	终止方式	缓慢停止
公式参 数	$\frac{(V1-B) \times C \times 0.1269}{M} \times 100$		空白 B=0.05 浓度 C=0.01 (滴定液实际浓度) 水分 S= 滴定度 T=		
	结果单位	g/100g	结果小数	3	

等量滴定参数（样品空白——除反滴定外该方法参数适用于大多数空白实验）

测量单位	电位	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	15	预混时间 s	10	预加液体积 mL	0
缓启动馈液体积 mL	0	等量馈液体积 mL	0.005		
漂移稳定阈值	30	最小等待时间 s	3	最大等待时间 s	10
预期电位变化 mV	8	安全体积 mL	2	导数阈值	1000
导数终止阈值	1000	等当点个数	1	值域起点	0
值域终点	0	单调性	关闭	终止方式	缓慢停止
公式 1 参数	$V1$		空白 B= 浓度 C= 水分 S= 滴定度 T=		
	结果单位	mL	结果小数	3	

### 沉淀滴定法（银量法）

利用沉淀的产生或消失进行的滴定称为沉淀滴定法。因很多沉淀组成不恒定、溶解度大、达到平衡速度慢、共沉淀严重、无合适的指示剂等原因，能用于滴定的反应并不多，常用的滴定剂是  $\text{AgNO}_3$ ，所以，沉淀滴定法常被称为银量法。

#### 示例五：氯化钾含量测定

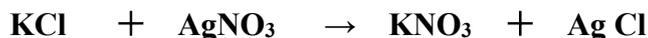
##### 实验方法

取本品 60mg，精密称定，置烧杯中，加水 50ml，用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至终点。每 1mL 的硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 7.45mg 的氯化钾(KCl)。  
硝酸银滴定液（0.1mol/L）标定

称取基准氯化钠约 50mg 置于 100ml 烧杯中加水 50ml 完全溶解。用硝酸银滴定液(0.1mol/L)滴定至终点。每 1ml 的硝酸银滴定液(0.1mol/L)相当于 5.844mg 的氯化钠。

##### 实验原理

氯化钾能够与硝酸银标准滴定液定量反应，在化学反应等当点处有明显电位突跃，计为反应终点。



### 实验电极

指示电极：pH 玻璃电极（231）

参比电极：银电极（216）

### 动态滴定参数（样品）

测量单位	电位	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	15	预混时间 s	5	预加液体积 mL	0
缓启动馈液体积 mL	0.02	最大馈液体积 mL	0.4	最小馈液体积 mL	0.02
漂移稳定阈值	30	最小等待时间 s	3	最大等待时间 s	10
预期电位变化 mV	8	安全体积 mL	20	导数阈值	500
导数终止阈值	300	等当点个数	1	值域起点	0
值域终点	0	单调性	关闭	终止方式	缓慢停止
公式 1 参数	$\frac{C \times T \times V1}{0.1 \times M} \times 100$		空白 B= 浓度 C=0.0997 水分 S= 滴定度 T=7.45		
	结果单位	%	结果小数	3	

### 动态滴定参数（0.1mol/L 硝酸银标定）

测量单位	电位	搅拌方向	顺时针	搅拌速度	500
滴定速度	15	预混时间 s	0	预加液体积 mL	0
缓启动馈液体积 mL	0.4	最大馈液体积 mL	0.4	最小馈液体积 mL	0.02
漂移稳定阈值	30	最小等待时间 s	3	最大等待时间 s	10
预期电位变化 mV	8	安全体积 mL	20	导数阈值	500
导数终止阈值	300	等当点个数	1	值域起点	0

值域终点	0	单调性	关闭	终止方式	缓慢停止
公式 参数	$\frac{0.1 \times M}{V1 \times T}$		空白 B=	浓度 C=	
	结果单位	mol/L	水分 S=	滴定度 T=5.844	
			结果小数	4	

## 附件:

## A、常用电极的选择

## 1. 水相酸碱电极

pH 复合电极 E—201—9 (树脂材质)  
E—314—w (玻璃材质)

注: 内填充液 (饱和) KCl 水溶液

分体电极 { 231 玻璃电极  
232 饱和甘汞电极

## 2. 沉淀滴定电极

药物: 216 银电极 231 玻璃电极  
化工: 216 银电极 217 双盐桥饱和甘汞

## 3. 氧化还原滴定电极

分体: 213 铂电极 232 饱和甘汞电极  
复合: ORP (氧化还原) 501 电极 (铂针, 树脂材质)  
502 电极 (铂环, 树脂材质)  
503 电极 (铂针, 玻璃材质)  
504 电极 (铂环, 玻璃材质)

## 4. 络合滴定电极

{ 钙离子选择性电极  
232 饱和甘汞电极

## 5. 非水酸碱滴定

复合: E—314—w (玻璃) }  
分体电极 { 231 玻璃电极 } 填充液为饱和 KCl 无水甲醇溶液  
232 饱和甘汞

## 6. 永停滴定

260 E 型光亮电导电极

## 7. 卡尔费休滴定 双铂电极 (铂针, 玻璃材质)

参比电极 { 经典电极 饱和甘汞电极 (Hg/Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)  
现代参比电极 银/氯化银电极 (Ag/AgCl)

复合电极 (单独一个电极就能检测) = 分体电极/单体电极 + 参比电极 (两个电极配合使用)

## B、仪器的保养与维护

### 滴定仪的保养与维护

1. 在仪器的使用过程中请注意避免将试剂滴溅在仪器表面，如有滴溅请立即擦拭干净。

2. 定期（半年）检查电源插头是否牢固，滴定管底座是否牢固，周边仪器固定螺丝是否有松动或脱落。如有故障，请与厂家工程师联系排除故障。

3. 在仪器的使用过程中注意按键是否正常工作，按下按键有回馈力，并有按键提示声音。观察显示屏幕是否正常，显示不跳字少字，亮度正常。

如有故障，请与厂家工程师联系排除故障。

### 电极的保养与收藏

#### pH 复合电极

pH 复合电极是由玻璃电极和参比电极（微型内参比）组合在一起的复合电极，用于测量溶液中的  $H^+$  浓度，并广泛应用于各个领域的 pH 值检测。

1、新电极在使用前应在水中浸泡 24 h 以上，使用后应立即清洗，并浸于水中保存。

2、久置不用重新使用时，敏感球泡和隔膜（参比络）应在 3mol/LKC 溶液中浸泡 2 小时以上。

3、实验前取下电极装有浸泡液的保护浸泡瓶或橡胶套，将电极测量端浸在蒸馏水中清洗，然后取出用滤纸吸干残留蒸馏水。观察敏感球泡内部是否全部充满液体，若电极内氯化钾溶液中发现有气泡（气泡会是电极断路），应将电极向下轻轻甩动（如甩体温计），以清除敏感球泡内的气泡，否则将影响测试精度。

4、加液型 pH 复合电极在使用一段时间后，外参比溶液有所消耗，当管内溶液的高度低于外管的半高时，则应将电极包装盒子内的瓶装氯化钾溶液用针筒灌入加液孔。注意电极隔膜（参比络）不被沾污或堵塞，并保证隔膜（参比络）有适当的渗出流速。注：加注外参比溶液必须按小瓶标签上所规定的溶液加注，如加注不正确的溶液将会损坏电极以致不能使用。

5、使用时，应先用去离子水清洗并擦干，电极参比端隔膜（参比络）要浸没在溶剂液面下，电极内参比液液面要高于溶液剂液面。

6、电极每完成一个实验，都需用蒸馏水冲洗电极，去除滴定液残留，非水溶性残留可先用实验溶剂清洗后，再用蒸馏水冲洗，擦干待用。

7、导线和插头部分应保持清洁干净，测量完毕不用时，加液型电极应将小塞子塞住加液孔，以防外参比液流失。电极球泡应套上保护帽，帽内应放少量氯化钾溶液，采用湿润保存方式。

8、建议保护液每周更换一次，内充参比液更换周期为一个月，也可根据电极实际表现情况适当延长或缩短更换周期。

更换参比电解液（非水滴定要更换填充液为饱和 KCl 无水甲醇溶液）

更换方法：将电极微微斜倒立，先用注射器或移液枪将内的填充液从电极上端的填充孔中吸出，然后注入少许新鲜填充液涮洗电极内，再吸出，最后补充足新鲜的填充液。填充液的液面至少要高于被检测液面 1~2 厘米（多加一些）。

水相（非水相）pH 电极保护液：每 100mL 4.01 pH 缓冲液中加入 5.6gKCL。

水相 pH 电极内充液：3mol L 水溶液。

非水相 pH 电极保护液：甲醇-KCL 饱和上清液。

9、不可充式复合电极应避免长期浸泡在去离子水、蛋白质溶液以及酸性氟化物溶液中，并防止与有机硅油脂接触。

### 金属电极的保存与维护

金属电极如铂电极（包括双铂针，双铂片，单铂）银电极等保养方法，此类电极化学性质相对稳定，在使用中注意不要用外力致使用损坏，双铂针电极需要特别注意两个铂针要竖直平行，不能碰触在一起。使用后可使用丙酮等有机溶剂进行清洗，再用清水冲洗干净放置即可。

银电极使用前用粗糙滤纸将电极银针表面擦亮（除去表面氧化层），与之搭配使用的双盐桥饱和甘汞电极盐桥套管内装饱和硝酸钾。

### 钙离子选择性电极

1、钙离子选择电极（内充氯化银饱和的 0.1mol/L 氯化钙溶液）；

2、钙电极在使用前，拧下电极头，加入内参溶液，注入内参溶液量至内充液室 4/5 为宜，再拧上电极头，动作要慢，并用棉球垫着 PVC 膜，勿使 PVC 膜严重凸出，然后将电极浸泡在 0.01mol/L 的氯化钙溶液中 30min 以上，并用去离

子水清洗至空白，电位约为-70mv 左右。

3、 电极不用时，用去离子水清洗至空白电位约为-70mv 左右拧下电极头，甩净内参溶液，用滤纸将氯化银内参比电极吸干避光保存。

4、 电极内参液为氯化银饱和的 0.1mol/l 氯化钙溶液，用户若要自配，需经陈化十二小时后使用。电极引线和插头应保持干燥。

### 滴定管的使用与保养

1、 滴定管在使用前应该进行自清洗，使用滴定液进行反复冲洗，至少三次，确保滴定液充满滴定管中，无气泡。特别是前次使用其它滴定类型的滴定液时一定要大量清洗。

为避免交叉污染，建议每一类型滴定液都配置专用的滴定管，如高氯酸滴定液、卡尔费休氏滴定液、酸性滴定液、碱性滴定液等都分别配置专用滴定管。

2、 滴定管在使用后要排空剩余滴定液，必要时用其它无腐蚀性溶液替换原有滴定液，如卡尔费休氏实验结束后可能用甲醇液替换原卡尔费休氏滴定液，切记，非水滴定的滴定管不要用水溶液进行溶液替换。

3、 滴定管防扩散头的养护，随时观察滴定管防扩散头的进液口是否有异物结晶等堵塞，如有堵塞请拔出防扩散头用毛刷进行清洁后再插回原位。

## C、滴定仪常见问题

实验中常见问题表

问题	产生原因	解决方法
找不到终点	搭配电极不适合,导致无法检测到测量信号。	根据实验反应类型,搭配适合的电极,实验中可观察到滴定曲线。
	导数阈值(和导数终止阈值)设定过大,识别不到等当点。	将导数阈值(和导数终止阈值)设定为等当点一阶导数值的一半。
	使用了错误的滴定液浓度。	重新标定确认滴定液浓度,选择适合实验的滴定液浓度。
	终点消耗体积>安全体积。	设定安全体积大于终点消耗体积。
	等当点个数设置错误。	根据实验实际反应情况设置等当点个数。
出现伪终点	指示剂的滴定终点与化学计量点不一致。	由于指示剂的滴定终点与化学计量点不可能完全一致所引起的终点误差,滴定必须在化学计量点处停止。两者不同点:化学计量点是根据化学反应的计量关系求得的理论值,而指示剂终点是实际滴定时的测得值。两者关系是:两者愈接近,滴定误差愈小。
	酸碱滴定:水中CO <sub>2</sub> 干扰。	使用新制去离子水或煮沸蒸馏水。
	最大(最小)馈液体积过小。	增大最大(最小)馈液体积设定值。
	导数阈值(和导数终止阈值)设定太小,将干扰信号识别为等当点。	将导数阈值(和导数终止阈值)设定为等当点一阶导数值的一半。
滴定速度慢(实验时间长)	(最大最小)馈液体积与(最大最小)等待时间设置不当。	适当调整(最大最小)馈液体积与(最大最小)等待时间设置不当。
	终点体积过大(超过10mL)	根据预期消耗体积设定预加液体积,预留3~5mL自动滴定。
	卡氏水分实验中漂移值过大,或者卡试液浓度过小。	实验室使用抽湿机,减小环境湿度,降低漂移值;或者更换卡试液。
	电极响应速度慢。	检查电极,处理电极参考电极维护与保养。
结果平行性差	酸碱滴定:水中CO <sub>2</sub> 干扰,出现伪终点	使用新制去离子水或煮沸蒸馏水
	搅拌速度不够或太大	调节适当的搅拌速度,使滴定杯中有明显的旋涡而不产生大量气泡为宜。
	样品称样量过小,引入称量误差。	加大样品称样量,减小称量误差。
	样品不能完全溶解。	通过延长搅拌时间,加热,超声,更换溶剂等处理方法使样品完全溶解。
	防扩散滴定头脱落	重新安装或更换防扩散滴定头

	电极响应速度慢。(常见于高氯酸滴定)	检查电极, 处理电极参考电极维护与保养。
	滴定管精度下降。	按检定规程检定滴定管馈液精度。
结果严重偏离预期值	滴定液浓度错误。	重新标定确认滴定液浓度, 选择适合实验的滴定液浓度。
	计算公式错误。	检查计算公式是否正确, 检查公式中的变量如滴定液浓度, 滴定度, 空白值的输入是否正确。
	样品称样量错误。	检查输入称样量是否准确。

### 滴定仪常见故障

#### 故障一：滴定管漏液与噪声

原因：滴定液在滴定管中形成结晶，堵塞滴定管的某部位造成局部压力过大  
滴定管漏液；滴定管路老化磨损。

处理：长时间不使用滴定管是时，要将滴定管内滴定液排除，用纯化水清洗后再贮存。用于非水实验的滴定管使用无水甲醇清洗后再贮存。

滴定液管路接口为耐腐蚀材料，材质本身硬度不高，接口固定（密封）时不宜用力拧的太紧，以免接口损坏。

滴定管柱塞处形成结晶后，滴定管运行会产生较大噪声，拆卸滴定柱塞，用纯化水清洗柱塞和滴定管壁，安装时注意柱塞定位环与“T”型衔铁位置。

#### 故障二：防扩散头脱落或堵塞。

原因：滴定液中的杂质或者结晶，堵塞防扩散滴定头引起脱落或者损坏。

故障现象：滴定头引起脱落时，停止搅拌，可观察到滴定管中试剂自动流出，使滴定重复性变差；在卡氏水分实验中，测量漂移值经常变为 0。防扩散滴定头堵塞时会造成馈液不通畅，微小体积馈液无滴定液排出。

处理：实验前检查滴定头处是否有（白色）防扩散头；防扩散头堵塞后，可人为拔下防扩散头，用纯水清洗去除结晶与杂质，擦拭干净后重新安装回滴定头。

## D、账号权限分配推荐

**一级权限（计算机管理员）职责：**具有最高的管理计算机化系统的权限，负责计算机化系统的管理和维护。

- 1) 硬件及软件配置更改，软件升级。
- 2) 人员管理，包括新建用户账号，禁用，重置账号；修改自身口令。
- 3) 锁定系统时间，防止不授权的篡改；对系统时间进行校准；
- 4) 系统应急故障处理，当系统出错时，负责重新安装软件；数据备份和恢复管理。
- 5) 三级审批流程时给与审批权限。（可选）
- 6) 查看日志。（可选）
- 7) 实验方法的导入与导出。

通常由工程部相关技术人员或者 IT 工程师担任。数量最多 3 人。

**一级权限推荐：**账号管理，数据导出，查看数据，统计数据，打印数据，报告审批（可选），报告复核（可选），方法导入，方法导出，时钟设置，数据还原，数据备份，查看日志（可选）。

**二级权限（工艺技术员）职责：**负责系统内数据管理与审批，

- 1) 设置时钟（双账号复核）、分析方法、工艺技术参数等；
- 2) 设置结果报告和统计的格式（可选）；复核系统输入信息；
- 3) 审核和查阅工作站中所有的实验数据；打印实验数据/报告。
- 4) 二级或者三级审批流程时给与审批权限。
- 5) 查看日志
- 6) 数据的备份和复核。

通常由实验室负责人担任。数量最多 3 人

**二级权限推荐：**数据导出，查看数据，统计数据，打印数据，报告审批，报告复核，方法增加，方法修改，方法导入，方法导出，报告设置（可选），统计设置（可选），实验室信息设置（可选），开展实验，时钟设置，滴定管系数，

清洗，单步馈液，传感器，数据备份，查看日志。

**三级权限（操作实验员）职责：**负责具体工作站的操作，系统的日常操作。

- 1) 可以使用工作站完成日常实验任务；
- 2) 可以新建，删除，修改实验方法；
- 3) 报告和统计显示格式设置（可选）
- 4) 不能修改或删除关键参数（不得修改系统时间）与实验数据。
- 5) 在审批流程中自动提交报告，实验员间互相审批复核。
- 6) 打印报告。
- 7) 修改自身登录口令。

通常由该岗位多个实验员担任。

**三级权限推荐：**数据导出（可选），查看数据，统计数据，打印数据，报告审批，报告复核，方法增加，方法修改，方法导入（可选），方法导出（可选），报告设置（可选），统计设置（可选），实验室信息设置，开展实验，滴定管系数，清洗，单步馈液，传感器，数据备份（可选），查看日志（可选）。