

852 Titrande



手册

8.852.8003CN / v11 / 2026-01-09



Metrohm AG
CH-9100 Herisau
Switzerland
+41 71 353 85 85
info@metrohm.com
www.metrohm.com

852 Titrande

手册

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

本文献受版权保护。本公司保留所有权利。

本文献为原件。

本文献经认真起草制定。但并不能完全排除会有错误存在。若有此类提示请联系上述地址。

免责条款

并非 Metrohm 造成的故障情况，例如不按规定储存、不按规定使用等，则不属于保修范围。擅自变更产品（比如改装或加装）会排除生产厂家对由此造成的损失及其后果的责任。要严格遵守 Metrohm 产品文档中的说明和注意事项。否则排除 Metrohm 的责任。

目录

1	引言	1
1.1	Titrando 系统	1
1.2	仪器描述	2
1.3	滴定模式 – 测量模式 – 加液命令	2
1.4	显示附件	3
1.5	惯用图例	4
2	安全	6
2.1	常规应用	6
2.2	运营商的责任	6
2.3	人员要求	7
2.4	安全提示	7
2.4.1	电路安全	7
2.4.2	管路连接和毛细管连接	8
2.4.3	可燃性溶剂和化学品	8
3	安装	9
3.1	安放仪器	9
3.1.1	包装	9
3.1.2	检查	9
3.1.3	场地	9
3.2	连接控制器	9
3.2.1	操作	9
3.3	连接 MSB 设备	13
3.3.1	连接加液器	14
3.3.2	连接搅拌器或滴定台	15
3.3.3	连接 Remote Box	16
3.4	连接 USB 设备	17
3.4.1	概述	17
3.4.2	连接 USB 集线器	18
3.4.3	连接打印机	18
3.4.4	连接天平	19
3.4.5	连接计算机键盘（仅在用 Touch Control 进行操作操作时）	20
3.4.6	连接条形码读取器	20
3.5	滴定杯调试	21
3.5.1	常规	21
3.5.2	用于电量 KF 滴定的滴定杯	23
3.5.3	用于容量 KF 滴定的滴定杯	31



3.6	连接传感器	35
3.6.1	连接发生电极 (卡尔·费休电量滴定)	35
3.6.2	连接指示电极 (卡尔·费休电量滴定)	35
3.6.3	连接极化电极 (卡尔·费休滴定法)	36
3.6.4	连接温度传感器	37
4	卡尔·费休滴定法	38
4.1	电量滴定法	38
4.1.1	卡尔·费休电量滴定法的原理	38
4.1.2	用标准水样作业	38
4.1.3	样品添加	40
4.1.4	最佳工作条件	41
4.2	容量法滴定	43
4.2.1	卡尔·费休容量滴定的原理	43
4.2.2	终点测定	43
4.2.3	卡尔·费休溶液	43
4.2.4	卡尔·费休滴定法的应用	43
4.2.5	用标准水样作业	44
4.2.6	样品添加	44
4.2.7	优化的工作条件	46
5	运行和保养	47
5.1	一般提示	47
5.1.1	护理	47
5.1.2	由万通服务人员进行维护	47
5.2	发生电极	47
5.2.1	无隔膜的发生电极	47
5.2.2	带隔膜的发生电极	48
6	排除故障	49
6.1	概述	49
6.2	卡尔·费休滴定法	49
6.2.1	49
6.3	SET 滴定	50
6.3.1	50
7	附录	52
7.1	远程接口	52
7.1.1	控制接口的引线分配	52
8	回收及废弃物处理	55
9	回收及废弃物处理	56

10 技术数据	57
10.1 测量接口	57
10.1.1 发生电极	57
10.1.2 指示电极	57
10.1.3 温度	57
10.1.4 极化器	58
10.2 电源连接	58
10.3 环境条件	58
10.4 规格	59
10.5 接口	59
索引	60

1 引言

1.1 Titrando 系统

Titrando 是模块式 Titrando 系统的核心件。通过使用一个带触摸显示屏的 Touch Control (“Stand-alone” 滴定仪) 或安装了相应软件的计算机来实现对其的操作。

一套 Titrando 系统可能包括多个不同设备。下图列出了您可以连接至 852 Titrando 的外围设备概览。

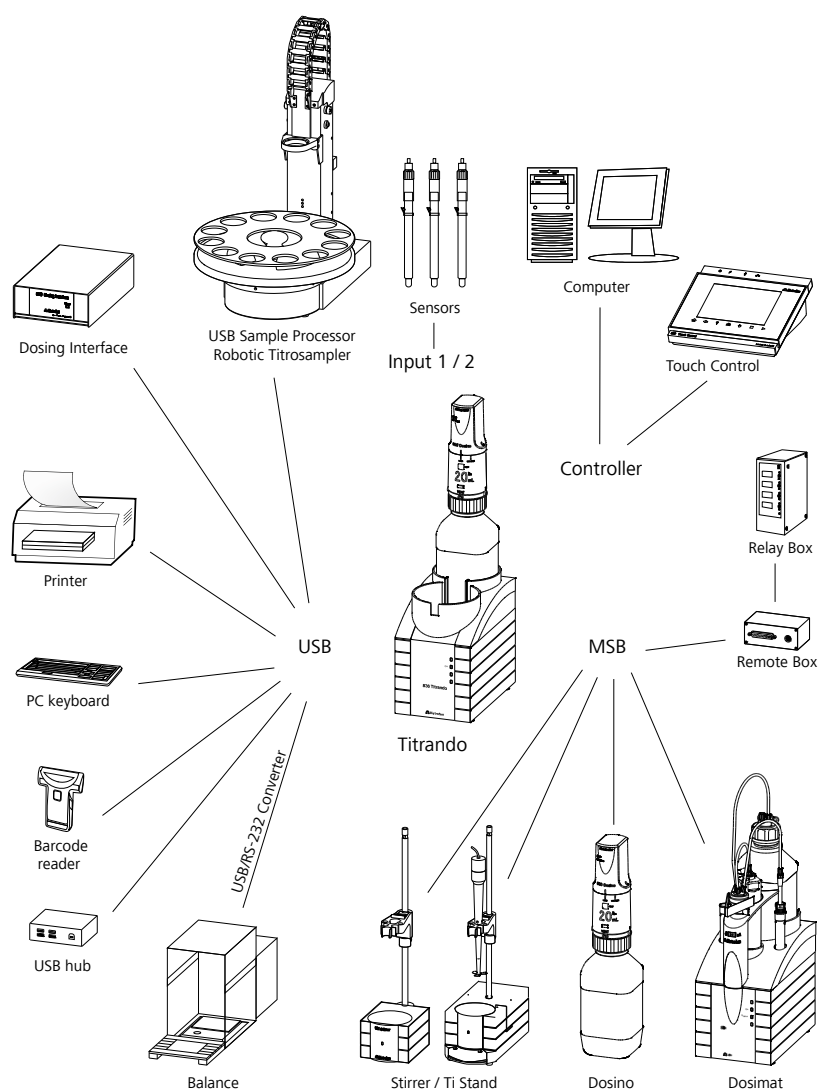


图1 Titrando 系统

使用 900 Touch Control 进行操作时，可通过 USB 连接控制多达三台控制装置（Titrando、Dosing Interface、USB Sample Processor 等）。

关于特殊应用的信息请见可免费通过 Metrohm 区域代表获取的“Application Bulletin”和“Application Note”。除此之外还有涉及滴定技术和电极的各专题论著可供阅读。

关于设备软件的更新在相应 PC 软件的帮助信息中均有描述。

1.2 仪器描述

852 Titrando 具有以下特征：

- **操作**
通过一台触摸式 Touch Control 或有此功能的 PC 软件，可对其进行操作。
- **MSB 接口**
四个 MSB 接口（Metrohm Serial Bus）用于连接加液器（Dosimat 或 Dosino）、搅拌器、滴定台和远程盒。
- **USB 接口**
两个 USB 接口，可连接例如打印机、PC 键盘、条形码读取器或其他控制设备（USB Sample Processor、Titrando、Dosing Interface，等等）。
- **测量接口**
两个测量接口。测量接口 1 各有一个测量输入端用于：
 - 发生电极
 - 温度传感器（Pt1000 或 NTC）
 - 双铂电极
测量接口 2 各有一个测量输入端用于：
 - 温度传感器（Pt1000 或 NTC）
 - 极化电极

1.3 滴定模式 – 测量模式 – 加液命令

852 Titrando 支持下列滴定模式、测量模式及滴定命令：

- **MET**
等量等当点滴定。其试剂的添加量为等量。
测量模式：
 - **Ipol**（电压测量，带可变的极化电流）
 - **Upol**（电流测量，带可变的极化电压）
- **SET**
有一个或两个等当点的定点滴定，用于容量法测溴指数。
 - **Ipol**（电压测量，带可变的极化电流）
 - **Upol**（电流测量，带可变的极化电压）


- **KFT**
根据卡尔·费休滴定法的容量法水份测定。
测量模式：
 - **Ipol**（电压测量，带可变的极化电流）
 - **Upol**（电流测量，带可变的极化电压）
- **KFC**
按卡尔·费休（Karl Fischer）方法进行电量水分测量。
测量模式：
 - **Ipol**（电压测量，带可变的极化电流）
- **BRC**
电量法溴指数测定。测定例如矿物油中的双键量。
测量模式：
 - **Ipol**（电压测量，带可变的极化电流）
- **MEAS**
可选择下列测量模式进行测量：
 - **Ipol**（电压测量，带可变的极化电流）
 - **Upol**（电流测量，带可变的极化电压）
 - **T**（温度测量）
- **加液命令**
可选择下列加液指令：
 - **PREP**（冲洗计量管和软管）
 - **EMPTY**（清空计量管和软管）
 - **ADD**（按照给定的体积进行加液）
 - **LQH**（用 Dosino 执行复杂的加液任务）

用 Touch Control 无法进行电量（KFC 或 BRC）和容量滴定（KFT 或 SET/MET）的平行测定。

1.4 显示附件

万通网站上可查看关于标准配置和可选附件的最新信息。

1 在网站上搜索产品

- 调用网站 <https://www.metrohm.com>。
- 点击 。
- 在搜索框内输入产品的物品编号（例如 **2.1001.0010**）并按 **[Enter]** 键。

将显示搜索结果。

2 显示产品信息

- 如需显示与检索词匹配的产品，请点击 **产品型号**。
- 点击所需产品。

产品详细信息将显示。

3 显示附件并下载附件清单

- 如需显示附件，请向下滚动至**附件及更多**。
 - **标准配置**将被显示。
 - 点击**[可选零部件]**查看可选附件。
- 如需下载附件清单，请在**附件及更多**下点击**[下载附件 PDF]**。

**提示**

Metrohm 推荐将附件清单并作为参考资料保存。

1.5 惯用图例

本手册中将会出现下列代表符号及格式：

(5-12)	图例说明 第一个数字为图标编号，第二个表示图中仪器元件。
1	指导步骤 依次执行相应步骤。
方法段	对话文本 ， 软件中的 参数
文件 ▶ 新建	菜单或菜单项
[下一步]	按钮或按键
	警告 该符号表示存在一般性的致命危险或致伤危险。
	警告 该符号警告触电危险。
	警告 该符号警告高温、高热仪器部件。
	警告 该符号警告生物危害。
	警告 光辐射警告
	小心 该符号表明可能有导致仪器或仪器部件损坏的危险。



注意

该符号标明附加信息及建议。

2 安全



警告

仅按照本文献中的说明运行该仪器。

该仪器出厂时在安全技术方面完全正常。为保持此状态及安全运行仪器，必须认真遵守下列提示。

2.1 常规应用

2.2 运营商的责任

为了确保产品的安全运行，运营商要负责以下任务：

- 使用前检查产品的状态
- 确保遵守技术数据下所述的运行值或极限值。
- 定期维护和清洁产品
- 立即排除缺陷和故障



提示

只允许在无缺陷状态下使用产品。

- 对相关人员开展有关化学实验室作业安全和事故防范的基本规定培训，并确保遵守这些规定。
- 根据用户文档对相关人员开展产品操作培训（比如安装、操作、清洁、排除故障）。
- 提供个人防护装备（比如护目镜、手套）。
- 准备安全执行作业所需的适当工具和装置。

2.3 人员要求

只能由具有资质的人员操作产品。有资质的人员是指满足以下前提的人：

- 了解作业安全和事故防范的基本规定。
- 具备实验室消防措施应用知识。
- 具备处理危险化学品的扎实知识。
- 相关人员已接受过指导，能够安全操作该产品，并可独立识别及规避潜在危险。
- 阅读并理解了用户文档。相关人员按照用户文档的要求操作产品。

2.4 安全提示

2.4.1 电路安全

根据国际标准 IEC 61010 保证在该仪器上进行作业时的电路安全。



警告

只有经万通培训的人员方有权在电子元件上进行服务作业。



警告

切勿打开仪器外壳。否则可能损坏仪器。如果此时触碰带电流零件，则有严重受伤的危险。

在外壳内部没有任何可由用户进行保养或更换的部件。

电源电压



警告

电源电压若错误则会损坏仪器。

只能用指定的电源电压运行此仪器（参见仪器背面）。

静电荷保护



警告

电子零件对静电荷很敏感，发生放电情况可能会损坏电子零件。
在仪器背面建立或断开电气插接连接之前，必须先从电源接线盒中拔出电源电缆。

2.4.2 管路连接和毛细管连接



小心

不密封的管路连接和毛细管连接是安全隐患。用手拧紧所有连接。对于管路连接，要避免用力过猛。管路末端若损坏，便会导致漏液。松开连接时，可使用合适的工具。

必须定期检查连接的密封性。若仪器主要在无人监管状态下运行，则必须每周进行检查。

2.4.3 可燃性溶剂和化学品



警告

若使用可燃溶剂和化学品进行工作，则必须注意相关的安全措施。

- 将仪器安放在通风良好的地方（例如通风口）。
- 务必使工作平台远离任何火源。
- 立即清除洒落的液体和固体物质。
- 遵守化学品生产商的安全提示。

3 安装

3.1 安放仪器

3.1.1 包装

供货时，产品和附件采用特制包装进行保护。为保证产品的安全运输，请务必保留此包装。若有运输保护螺丝，请将其保留并重复使用。

3.1.2 检查

收到后立即检查供货：

- 根据供货单检查供货是否齐全。
- 检查产品是否损坏。
- 若供货不齐全或损坏，请联系 Metrohm 区域代表。

3.1.3 场地

该仪器设计为在室内运行，且不允许在有爆炸危险的环境内使用。

请将仪器放置在实验室内一个易于操作且无振动的地方，并做好防止化学品腐蚀和污染的防护。

应保护仪器不会受到温度过度波动及阳光直接照射的影响。

3.2 连接控制器

3.2.1 操作

有两种方式可操作 852 Titrando：

- 一个带触摸屏的 Touch Control。它与 852 Titrando 一同构成一部“Stand alone”设备。
- 一台计算机可借助 PC 软件实现对 852 Titrando 的操作，例如 *tiamo*。



小心

请注意，您在建立或断开电子设备之间的连接前，务必先将电源线从仪器的电源接线盒中拔出。

3.2.1.1 连接 Touch Control



提示

插头用一个防拉装置来保护电缆不被无意中拔出。如果要拔出插头，则必须先将外面标有箭头的插头套拉回。

- 1 将 Touch Control 的连接电缆插头插入**控制器**插口中。

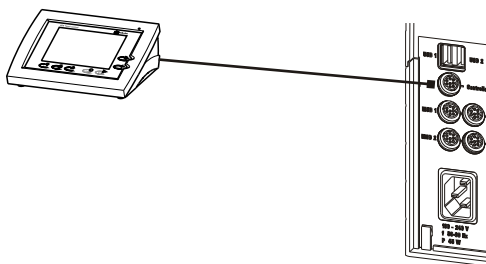


图2 连接 Touch Control

- 2
 - 连接 MSB 设备 (参见章节 3.3, 第 13 页)。
 - 连接 USB 设备 (参见章节 3.4, 第 17 页)。
- 3 将 Titrande 连接到电源上 (参见章节 3.2.1.2, 第 11 页)。
- 4 接通 Touch Control。

Touch Control 通过 Titrande 进行电源供给。接通时在两台仪器上均会自动进行系统测试。只要系统测试结束且仪器准备就绪，Titrande 正面的 LED 指示灯 **On** 就会亮起。



小心

在断开供电之前，必须通过仪器背面的主机电源开关将 Touch Control 正常关断。否则会有丢失数据的危险。由于 Touch Control 是通过 Titrande 得到电源供电，因此绝不允许在关断 Touch Control 之前将 Titrande 从供电系统断开（例如关断插座）。

如果不希望将 Touch Control 直接置于 Titrande 旁边，则可用电缆 6.2151.010 来延长连接。此连接最长允许为 5 m。

3.2.1.2 将设备连接到供电系统上



警告

电源电压引起的电击

触摸带电部件或沾湿导电部件有受伤危险。

- 连接电源电缆时切勿打开仪器外壳。
- 确保导电部件（如供电单元、电源电缆、接口）保持干燥。
- 一旦怀疑有水渗入设备，请断开设备供电。
- 电子电气部件上的服务和维修作业仅可由万通授权的人员进行。

连接电源电缆

附件

以下规格的电源电缆：

- 长度：最长 2 m
- 芯线数量：3，带接地保护芯线
- 设备插头：IEC 60320 类型 C13
- 导体标称截面 3x 最小 0.75 mm² / 18 AWG
- 电源插头
 - 符合客户要求 (6.2122.XX0)
 - 最小 10 A



提示

请勿使用未经许可的电源电缆！

1 插入电源电缆

- 将电源电缆插入仪器的电源接线盒。
- 将电源电缆连接到供电系统。

3.2.1.3 连接计算机

852 Titrando 需要一个计算机 USB 连接，以便可从计算机软件进行控制。借助一条控制器电缆 6.2151.000，可将仪器直接连接在一台计算机 USB 插口内、连接在一个 USB 集线器上或者连接在另一台 Metrohm 控制装置上。

您需要有管理员权限，才能在您的计算机上安装驱动程序和控制软件。

电缆连接和驱动程序安装

为使计算机软件能识别 852 Titrando，需要安装驱动程序。为此，您必须遵守规定的操作方法。下面列出了必要步骤：

1 安装软件

- 放入计算机软件安装光盘，并执行安装程序指令。
- 若您在安装后启动了程序，则将终止。

2 建立电缆连接

- 将所有外围设备连接在设备上，参见章节 3.3，页码 13 和参见 3.4，页码 17。
- 如果还未连接，则请将设备接上电源（参见章节 3.2.1.2，第 11 页）。
852 Titrando 上的 LED 指示灯“接通”尚未亮起！
- 借助一个 USB 接口（A 型）将设备连接在您的计算机上（参见您计算机的使用说明）。为此可使用电缆 6.2151.000。

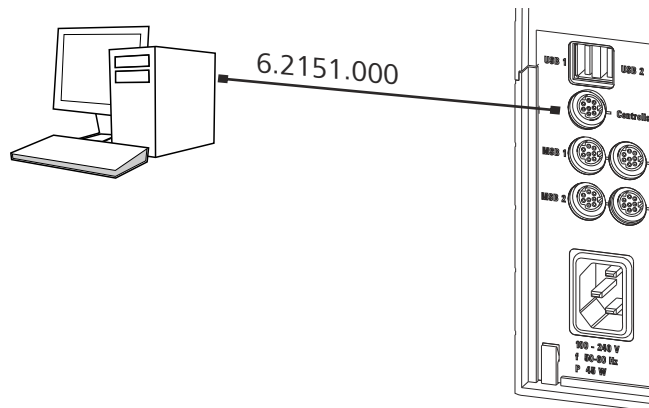


图3 连接计算机

该设备会被识别出来。根据所使用的 Windows 视窗操作系统版本的不同，之后的驱动程序安装过程也有区别。所需的驱动程序或者将自动安装，或者会启动一个安装助手。

3 请您遵循安装助手的指令。

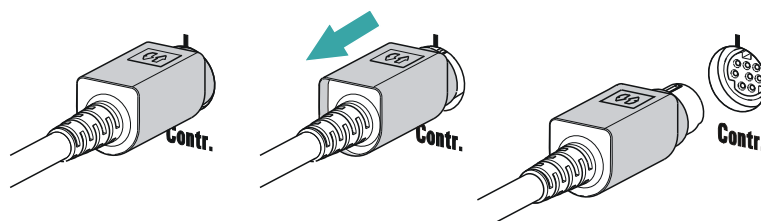
只要驱动程序安装结束且仪器准备就绪，852 Titrando 上的 LED 指示灯“On”就会亮起。

如果安装时出现问题，则请您询问您公司内部的 IT（信息技术）负责人。



提示

控制器电缆 6.2151.000 的仪器侧插头有一个防拉装置保护电缆不被无意中拔出。如果要拔出插头，则必须先将外面标有箭头的插头套拉回。



在计算机软件中登录并配置仪器

仪器必须在计算机软件的配置中进行登录。然后可根据需要配置仪器。

1 调试仪器

- 启动计算机软件。
 - 该仪器会被自动识别出来。将显示设备的配置对话框。
- 为仪器及其接口进行配置设置。

有关仪器配置的详细说明请参阅相应计算机软件的文献。

3.3 连接 MSB 设备

用于连接 MSB 设备，例如搅拌器或加液器，Metrohm 仪器拥有最多 4 个接口连至 *Metrohm Serial Bus* (MSB)。在一个 MSB 接口（8 针 Mini-DIN 插口）处，可顺序（串联，“Daisy Chain”）接通不同类型的外围设备，并从各自的控制装置同时进行操控。除用于此目的的连接电缆外，搅拌器与 Remote Box 还分别拥有自己的 MSB 插口。

下图将为您提供可连接在 MSB 插口上的设备以及电缆接头的不同选型的概览。

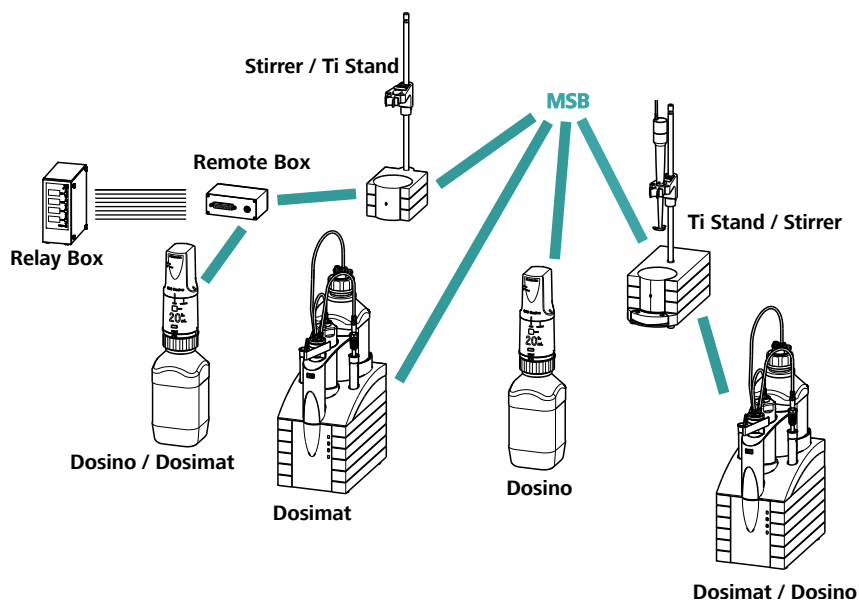


图4 MSB 接口

支持何种外围设备，取决于控制装置。



提示

联接 MSB 设备时必须注意以下几点：

- 一个 MSB 接口上只可使用同一类型的一台设备。
- 700 型 Dosino 和 685 型 Dosimat plus 加液器不可与其他 MSB 设备在同一接口上接通。这些加液器必须单独连接。



小心

在您插入 MSB 设备之前，请结束控制软件。接通时控制设备将自动识别何种设备连至哪个 MSB 接口。操作单元或控制软件将连接的 MSB 设备记录至系统配置（设备管理）中。

可用电缆 6.2151.010 延长 MSB 接口。连接不得超过 15 mm。

3.3.1 连接加液器

设备上可连接四个配液器（MSB 1 至 MSB 4）。

支持的配液器种类为：

- 800 Dosino
- 700 Dosino
- 805 Dosimat
- 685 Dosimat plus

连接加液器

1 连接配液器

- 停止运行控制软件。
- 在控制装置背面的 **MSB** 插口处连接加液器的连接电缆。
- 启动控制软件。

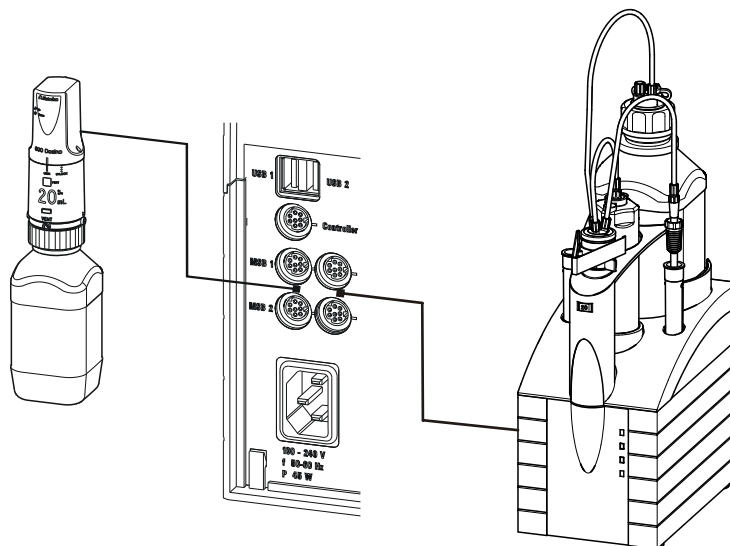


图5 连接配液器

3.3.2 连接搅拌器或滴定台

您可使用下列仪器：

该仪器内置一台磁力搅拌器（“从下方”搅拌）：

- 801 Stirrer
- 803 Ti Stand

该仪器没有内置磁力搅拌器（“从上方”搅拌）：

- 804 Ti Stand 带螺旋搅拌器 802 Stirrer

连接搅拌器或滴定台

1 停止运行控制软件。

2 在控制装置背面的 **MSB** 插口处连接磁力搅拌器或滴定台的连接电缆。

仅 804 Ti Stand：在滴定台的搅拌器接口（带搅拌器符号的插口）处连接螺旋搅拌器。

3 启动控制软件。

4

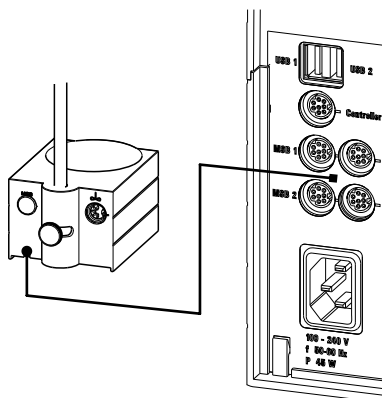


图6 连接MSB 搅拌器

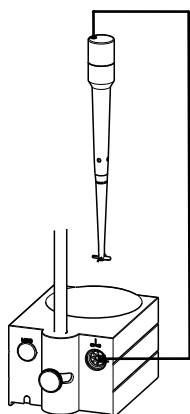


图7 将螺旋搅拌器连接至滴定台

3.3.3 连接 Remote Box

通过远程线路进行控制及/或通过远程线路发送控制信号的设备，可用 Remote Box 6.2148.010 进行连接。除万通以外，其它设备生产厂家也使用同类接口，用来将不同设备连接到一起。此接口也经常被称为“TTL Logic”、“I/O Control”或“Relay Control”，多数情况下加载 5 伏的信号电平。

此外，您可在远程控制接口上连接如下仪器：

- 849 Level Control（容器内的液位控制器）
- 731 Relay Box（继电器箱，用于 230/110 V 交流电插座及低压直流电源输出）
- 843 Pump Station（用于复杂的样品前处理或用于清洗外部滴定杯）

此外，Remote Box 还具有一个 MSB 插口，可用于连接另外一个 MSB 设备，例如加液器或搅拌器。关于 Remote Box 接口引线分配的详情请参见附录。

控制信号指线路的电平状态或电脉冲 (> 200 ms)，该信号能显示仪器运行状态或触发、报告某一事件。因此可在复杂的自动系统中协调不同仪器的过程。但是无法进行数据交换。

连接 Remote Box

- 1 停止运行控制软件。
- 2 在控制装置背面的 **MSB** 插口处连接 Remote Box 的连接电缆。
- 3 启动控制软件。

4

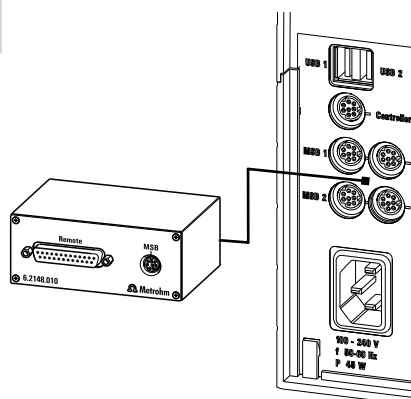


图 8 连接 Remote Box

3.4 连接 USB 设备

3.4.1 概述

852 Titrandó 有 2 个 USB 接口 (A 类型插口) 用于带 USB 接口的外围设备。Titrandó 用作 USB 集线器 (分配器)，与其如何操控无关。如果想在 USB 上连接多于 2 台设备，则也可使用一个附加的通用 USB 集线器。



小心

如果您借助 Touch Control 来操作 852 Titrandó，请注意在连接各设备或断开各设备间连接时关闭 Touch Control。如果您用计算机软件来操控 852 Titrandó，则在建立或断开 USB 连接之前关闭程序。

3.4.2 连接 USB 集线器

如果您要在 852 Titrando 的 USB 接口上连接 2 台以上的设备，则可使用一个附加的通用 USB 集线器（分配器）。如果您用 Touch Control 操作 852 Titrando，则应使用一个自带能源供应的 USB 集线器。

- 1 关断 Touch Control 或关闭计算机软件。
- 2 借助电缆 6.2151.020 将 852 Titrando 的 USB 接口（A 类型）和集线器的 USB 接口（B 类型，参见集线器手册）进行连接。
- 3 接通 Touch Control。
USB 集线器将被自动识别出来。

3.4.3 连接打印机

连接在带 Touch Control 的 852 Titrando 上的打印机必须符合下列要求：

- 打印机语言：HP-PCL（PCL 3 至 5，PCL 3GUI），Canon BJI Commands 或 Epson ESC P/2
- 打印机分辨率：300 dots/inch 或 360 dots/inch (Epson)
- 纸张格式：A4 或 Letter，单页送纸。

- 1 关闭 Touch Control。
- 2 借助电缆 6.2151.020 将 852 Titrando 的 USB 接口（A 型）和打印机的 USB 接口（B 型，参见打印机使用手册）进行连接。
- 3 首先接通打印机，然后再接通 Touch Control。
- 4 在 Touch Control 的设备管理中配置打印机（参见 Touch Control 的使用手册）。

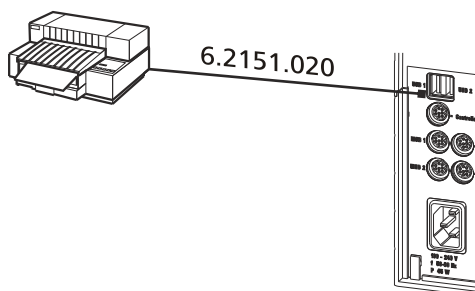


图9 连接打印机

3.4.4 连接天平

- 用计算机软件进行操作：
 - 请您将天平直接连到计算机的串行接口（COM）上。该接口一般情况下为 9 针，并标记有符号 **IOIOI**。
- 用 Touch Control 进行操作：
 - 若要连接天平，则需要 USB/RS-232 适配器 6.2148.050。

下面的表格为您列出了可以和 852 Titrando 配套使用的天平概览，以及连接至 RS-232 接口所需的电缆：

天平	电缆
AND ER、FR、FX 带 RS-232 接口 (OP-03)	6.2125.020 + 6.2125.010
梅特勒 (Mettler) AB、AG、PR (LC-RS9)	天平供货时的标准配置
梅特勒 (Mettler) AM、PM、PE 带接口选项 016 或者 梅特勒 (Mettler) AJ、PJ 带接口选项 018	6.2146.020 + 6.2125.010 附加的梅特勒 (Mettler) 产品： ME 47473 适配器和 ME 42500 手动开关或 ME 46278 脚踏开关
Mettler AT	6.2146.020 + 6.2125.010 附加的梅特勒 (Mettler) 产品： ME 42500 手动开关或 ME 46278 脚踏开关
梅特勒 (Mettler) AX、MX、UMX、PG、AB-S、PB-S、XP、XS	6.2134.120
梅特勒 (Mettler) AE 带接口选项 011 或 012	6.2125.020 + 6.2125.010 附加的梅特勒 (Mettler) 产品： ME 42500 手动开关或 ME 46278 脚踏开关
Ohaus Voyager、Explorer、Analytical Plus	奥豪斯 (Ohaus) 电缆 AS017-09
普利赛斯 (Precisa) 天平，带 RS-232-C 接口	6.2125.080 + 6.2125.010
赛多利斯 (Sartorius) MP8、MC、Genius、Cubis	6.2134.060
Shimadzu BX、BW	6.2125.080 + 6.2125.010

用 Touch Control 进行操作

- 1 将 USB/RS-232 适配器的 USB 插头插入 852 Titrando 的 USB 接口。
- 2 将 USB/RS-232 适配器的 RS-232 接口与天平的 RS-232 接口（电缆参见表格）相连。
- 3 接通 Touch Control。
- 4 接通天平。
- 5 如果需要的话，接通天平的 RS-232 接口。
- 6 在 Touch Control 的设备管理器中配置 USB/RS-232 适配器的 RS-232 接口（参见 Touch Control 的手册）。

3.4.5 连接计算机键盘（仅在用 Touch Control 进行操作操作时）

此计算机键盘用作文字和数字输入的输入辅助装置。

- 1 将键盘的 USB 插头插入 852 Titrando 的 USB 插口。
- 2 接通 Touch Control。
键盘将会被自动识别，并记录入设备管理中。
- 3 在 Touch Control 的设备管理中配置键盘（参见 Touch Control 的使用手册）。

3.4.6 连接条形码读取器

条形码读取器作为文字和数字输入帮助设备来使用。您可以用 USB 接口来连接一个条形码读取器。

用 Touch Control 进行操作

- 1 将条形码读取器的 USB 插头插入 852 Titrando 的一个 USB 插口内。
- 2 接通 Touch Control。
此条形码读取器将被自动识别，并记录入设备管理中。

- 3 在 Touch Control 的设备管理中配置条形码读取器（参见 Touch Control 的使用手册）。

条形码读取器上的设置：

- 1 将条形码读取器置于编程模式。
- 2 选择所需国家的键盘布局（美国、德国、法国、西班牙、瑞士（德语））。
该设定必须与设备管理中的设定相同（参见 Touch Control 使用手册）。
- 3 确认条形码读取器已设定为可发送 Ctrl - 字符（ASCII 00 至 31）。
- 4 对条形码读取器进行编程，以使 ASCII 字符 02（STX 或 Ctrl B）被第一个发送出去。此首个字符一般情况下被称作“Preamble”（前导码）或“Prefix Code”（前缀码）。
- 5 对条形码读取器进行编程，以使 ASCII 字符 04（EOT 或 Ctrl D）最后一个被发送出去。此最末一个字符一般情况下被称作“Postamble”（后置码）、“Record Suffix”（记录后缀）或“Postfix Code”（后缀码）。
- 6 结束编程模式。

3.5 滴定杯调试

3.5.1 常规

滴定时很重要的一点就是溶液混合到位。搅拌速度应设为能产生一个小“搅拌漩涡”。若搅拌速度过快，则将吸附气泡。这会导致得出错误的测量值。过低的搅拌速度会造成电极处的溶液尚未混合到位。添加滴定物之后为能在混合到位的溶剂中完成测量，滴定管头应处在漩涡较大处。此外，从添加滴定物到电极的距离应尽可能远。为电极和滴定管头进行定位时，请考虑到搅拌方向（逆时针方向或顺时针方向）（见下图）。

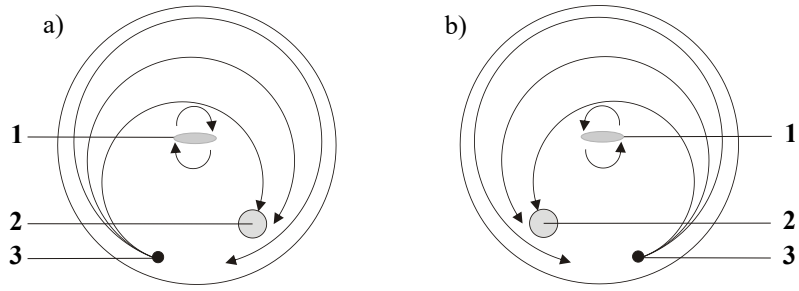


图10 滴定过程中的磁力搅拌器、指示电极和滴定管头（容量分析）/发生电极（电量分析）排布简图。a) 顺时针搅拌方向，b) 逆时针搅拌方向。

1 磁力搅拌

2 指示电极

3 滴定管头（容量分析）/发生电极（电量分析）

3.5.2 用于电量 KF 滴定的滴定杯

3.5.2.1 安装滴定杯（电量分析）

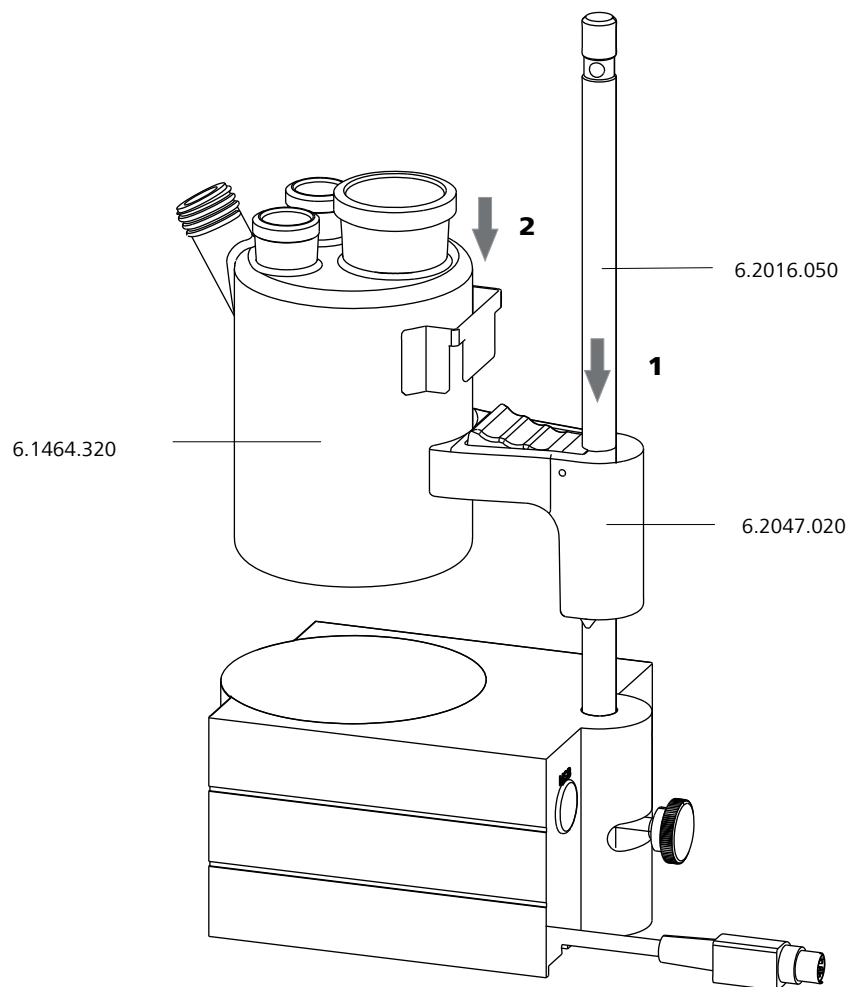


图 11 安装滴定杯（电量分析）

- 1 在支架杆 6.2016.050 上固定滴定杯夹 6.2047.020。
- 2 将滴定杯 6.1464.320 从上方装入滴定杯夹。

3.5.2.2 滴定杯（电量分析） - 标准装置

充满吸附管

所需附件：

- 吸附管 6.1403.030
- 分子筛 6.2811.000 / 6.2811.010

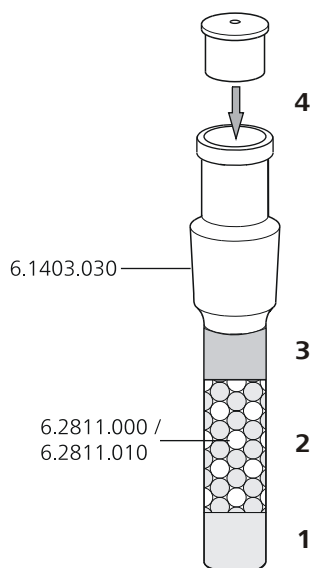


图 12 充满吸附管

- 1 将一小块药棉塞置入吸附管底部。药棉不要塞得太紧。
- 2 请将分子筛装至干燥管或吸附管高度的 $\frac{3}{4}$ 处。
- 3 将小块药棉塞塞在分子筛上。药棉不要塞得太紧。
- 4 用所属的罩盖封闭吸附管。



提示

分子筛必须定期更换。每次充满吸附管时，都要将例如日期直接写在吸附管上。

装备滴定杯（电量分析）

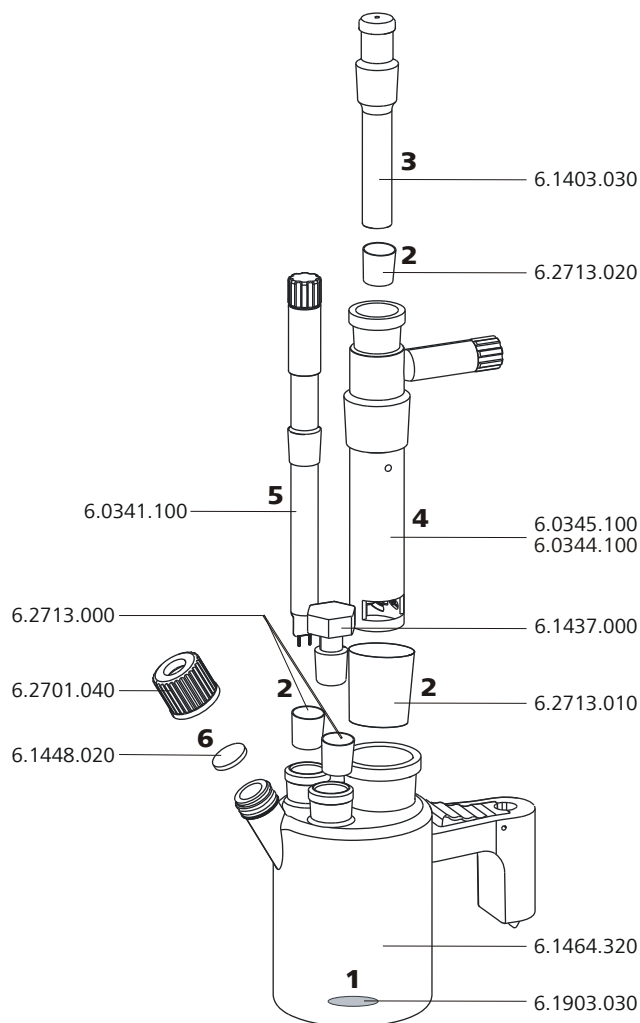


图13 装备滴定杯（电量分析）

- 1** 将搅拌棒 6.1903.030 置入滴定杯中。
- 2** 将磨面套口 6.2713.0x0 裁到正确长度，并接到插件（电极、吸附管等）磨口上。
 请注意磨面套口的边缘平齐光滑，没有毛边。磨面套口不可高出磨口开孔的下缘。
- 3** 将吸附管 6.1403.030 装入发生电极中。
- 4** 将不带隔膜的发生电极 6.0345.100 或带隔膜的发生电极 6.0344.100 连同吸附管一起插入后部磨口开孔中。

- 5 将指示电极 6.0341.100 装入左侧磨口开孔。
- 6 将隔垫 6.1448.020 放到滴定杯前部开孔上，用螺旋盖 6.2701.040 封紧。
将螺旋盖只拧到密封为止即可。隔垫不要弯曲。

充满滴定杯（电量分析） - 带隔膜的发生电极

- 1 将大约 5 mL 阴极电解液注入发生电极中。
- 2 用漏斗 6.2738.000 将大约 100 mL 阳极电解液注入滴定杯中。阳极电解液的液位应超出阴极电解液液位大约 1 至 2 mm。
- 3 用磨口塞 6.1437.000（装好磨面套口）封住右侧最后一个磨口开孔。

充满滴定杯（电量分析） - 不带隔膜的发生电极

- 1 用漏斗 6.2738.000 将大约 100 mL 试剂注入滴定杯中。
- 2 用磨口塞 6.1437.000（装好磨面套口）封住右侧最后一个磨口开孔。

拧上电极电缆

- 1 拧下指示电极的罩盖。

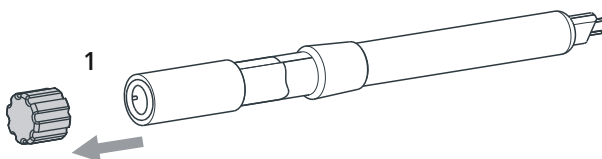


图 14 拧下指示电极的盖子

- 2 拧下发生电极的盖子。

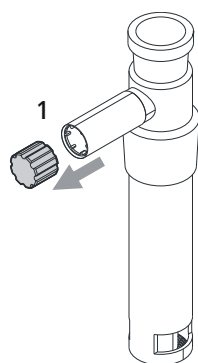


图 15 拧下发生电极的盖子。

3 将电极电缆 6.2104.020 拧紧在指示电极上。

4 将电极电缆 6.2104.120 拧紧到发生电极上。

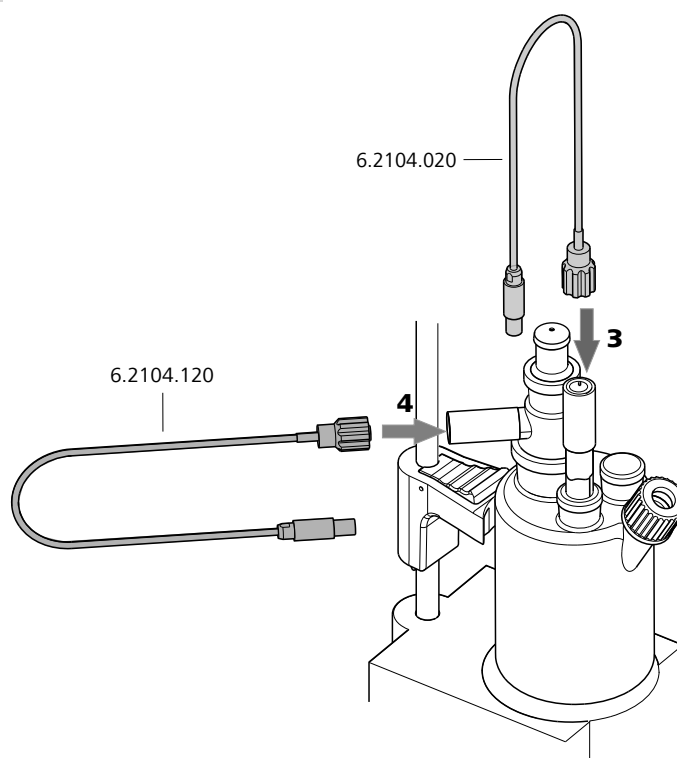


图 16 将电极电量拧到电极上



提示

请您在电极电缆的螺旋头上做个标记。以避免弄混指示电极和发生电极。

3.5.2.3 带输送吸管的滴定杯（电量分析） - 与 Ti Stand 一起使用

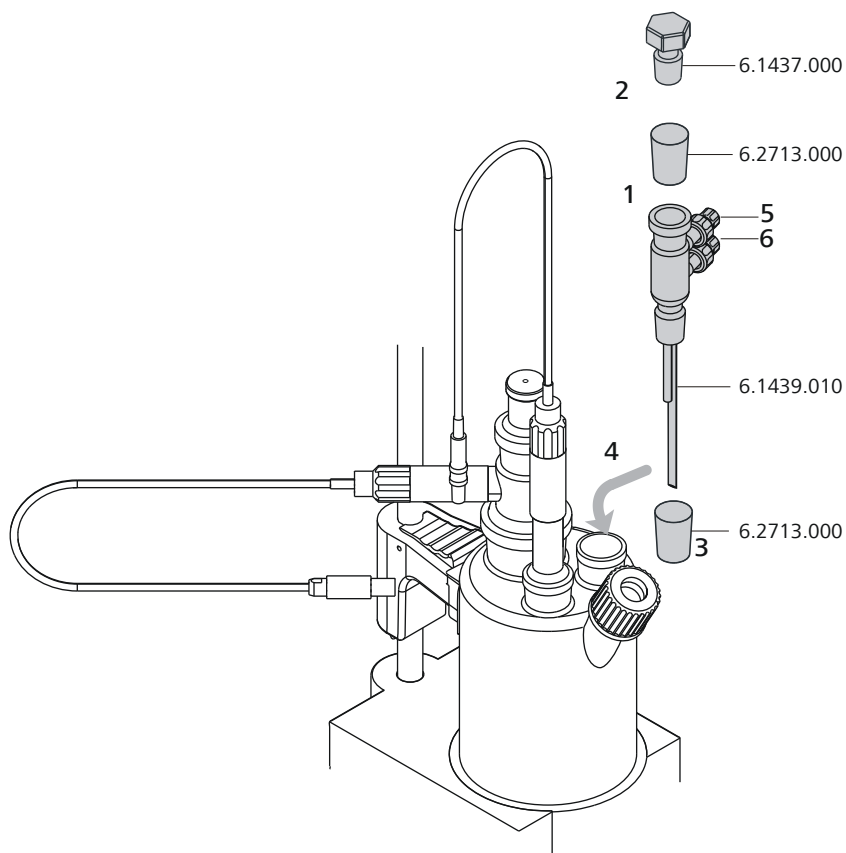


图 17 安装输送吸管

- 1 将裁短的磨面套口 6.2713.000 装到塞子 6.1437.000 的磨口上。
- 2 将塞子安到输送吸管 6.1439.010 中。
- 3 将裁短的磨面套口 6.2713.000 装到输送吸管的磨口上。
- 4 全部一起置入磨口开孔中。
- 5 在输送吸管（5）的上部接口处连接试剂添加用的软管。
- 6 在输送吸管（6）的下部接口处连接用于抽吸滴定杯的软管。

3.5.2.4 带更换试剂装置的滴定杯（电量分析） - 与 Dosino 一起使用

借助 Dosino 可自动更换试剂。

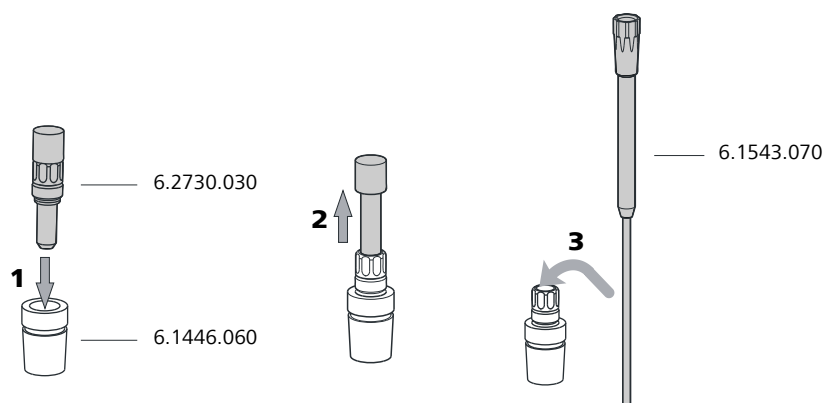
所需附件：

- 更换试剂用的装置（6.5617.000）
- 807 Dosing Unit

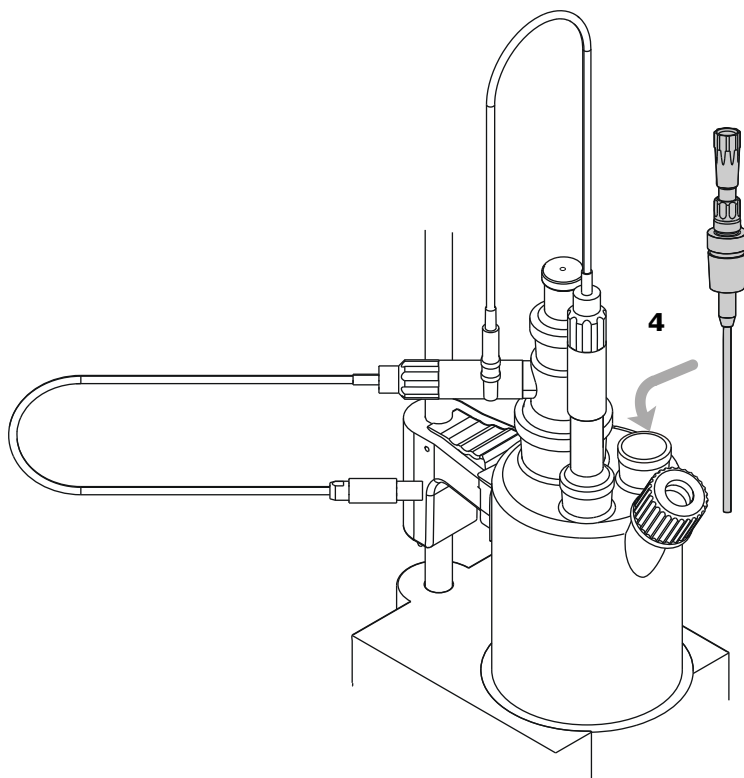
Metrohm 推荐为 807 Dosing Unit 使用以下计量管体积：

应用案例	计量管体积
常规	50 mL
抽吸仅需抽吸样品而并非整个试剂的油质样品	20 mL
高粘度样品	10 mL

安装抽吸尖管



- 1 将接头 6.2730.030 连同堵头和 O 型圈拧到塞子 6.1446.060 上。
- 2 拔出塞子。
- 3 将抽吸尖管 6.1543.070 穿过塞子处推入。



- 4** 将塞子与抽吸尖管一同插入带磨口套环的磨口开孔中。
把抽吸尖管尽量推入滴定杯中，直至其触到容器底部。

3.5.2.5 带卡尔·费休炉的滴定杯（电量分析）

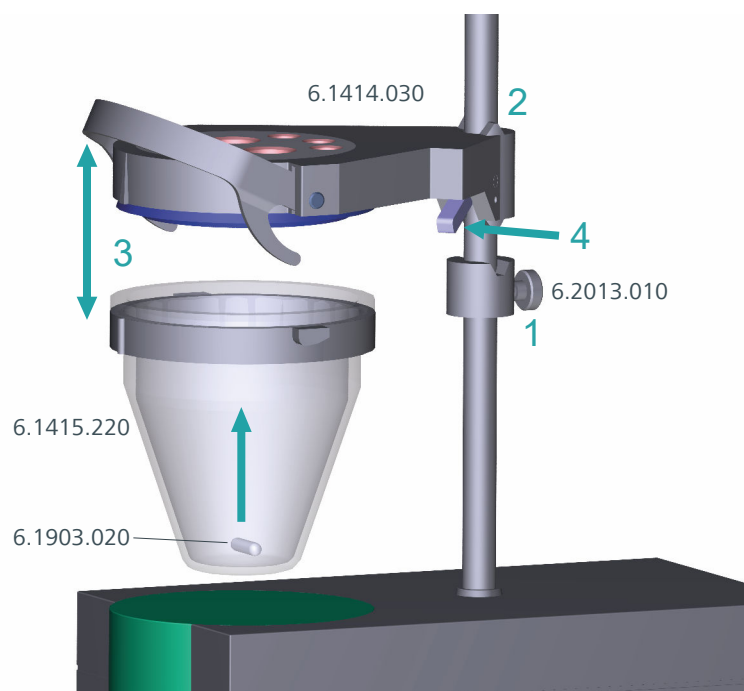
如果样品只能缓慢析出水份或在高温下方可析出水份，需要使用费休炉方法。样品将在卡尔·费休炉（例如 860 KF Thermoprep）中加热，出来的水份用载气导入滴定杯（电量分析）中。详细说明请参见相应手册。

3.5.2.6 带自动进样器的滴定杯（电量分析）

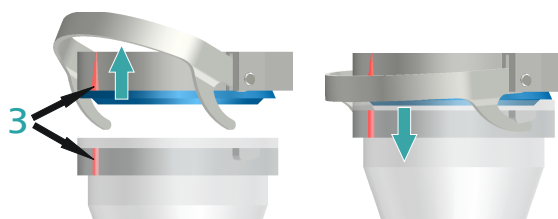
当样品数目较大时，水份含量测定可借助带炉模块的自动进样器（例如 874 Oven Sample Processor）来自动执行。详细说明请参见相应手册。

3.5.3 用于容量 KF 滴定的滴定杯

安装 KF 滴定杯

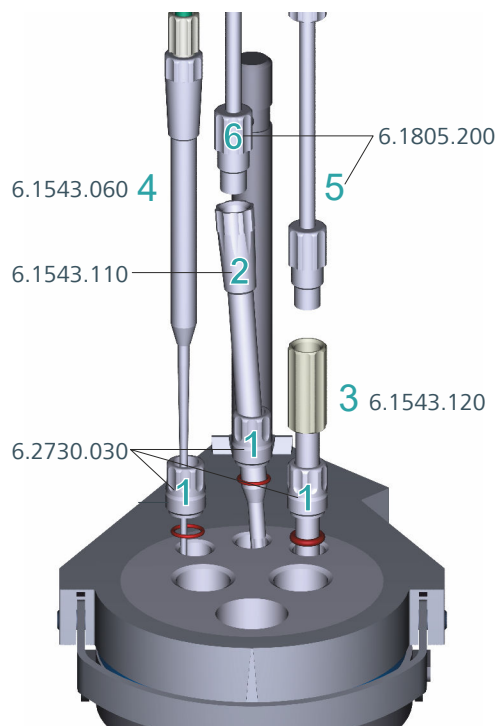


- 1 将定位环 6.2013.010 拧紧在支架杆上。
- 2 将卡尔·费休滴定杯的上部杯盖 6.1414.030（用密封组件 6.1244.040 中的密封环正确安装）固定于支架杆上。此过程中，按住止动杆，并在所需的位置将其放开。
- 3 固定滴定杯 6.1415.220（或 6.1415.250），其内部杯盖上带有搅拌棒 6.1903.020（或 6.1903.030）。为此，向上翻折固定夹。上部件与塑料垫圈上的标记必须相互对准。然后按下固定夹以固定滴定杯。固定夹的柄必须扣住滴定杯塑料垫圈的凸轮，这样才能保证安全的支撑。



- 4 通过按压止动杆的方式调节 KF 滴定杯的高度。使其差不多接触到搅拌器的表面。现在可通过调节定位环固定其位置。

插入尖头



1 将 3 个螺旋接头 6.2730.030（包括 O 型圈，但不带塞子）插入上部的后开孔中。

2 将加液器尖管 6.1543.110 经螺旋接头装入中后侧开孔内。

3 将抽吸尖管 6.1543.120 经螺旋接头装入右后侧开孔内。

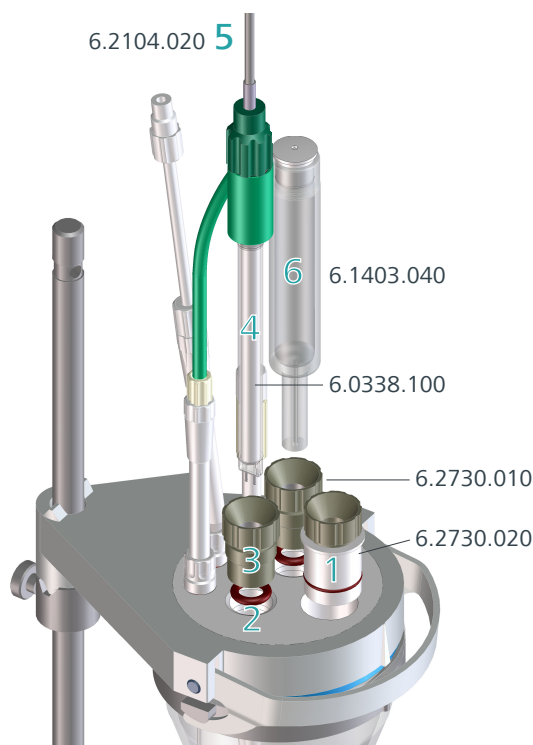
当抽吸溶剂时，抽吸尖管末端必须触及容器底部，但不能妨碍搅拌棒的运动。

需要的话，可将抽吸尖管从溶剂中抽出。

4 将尖头 6.1543.060 经螺旋接头插入左后开孔内。

5 将废液瓶的 M8 PTFE 软管 6.1805.200 拧到抽吸尖管上。

6 把溶剂瓶的 M8 PTFE 软管 6.1805.200 拧到加液器尖管上。

放入电极、吸附管和隔塞

- 1 将隔塞 6.2730.020（带隔垫）插入滴定杯盖最前面的开孔内。
- 2 将电极和吸附管的 O 型圈放入上部的中间开孔内。
- 3 将两个螺旋接头 6.2730.010 与 O 型圈一起拧入开孔内。但请勿拧得太紧。
- 4 将双铂电极 6.0338.100 插入左侧开口内，然后再拧紧螺旋接头。
- 5 将电极电缆 6.2104.020 拧紧在电极上。
- 6 将已装满的吸附管 6.1403.040 插入电极右侧的开口内，然后拧紧螺旋接头。

3.6 连接传感器

测量接口包括下列测量输入端：

- 测量接口 1:
 - **Gen.** 用于发生电极
 - **Ind.** 用于双铂电极
 - **Temp.** 用于温度传感器 (Pt1000 或 NTC)
- 测量接口 2:
 - **Temp.** 用于温度传感器 (Pt1000 或 NTC)
 - **Pol.** 用于极化电极

3.6.1 连接发生电极（卡尔 费休电量滴定）

- 1 将电极的插头插入 852 Titrando 的 **Gen.** 插口中。

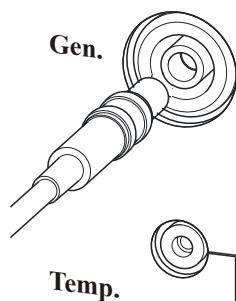


图 18 连接发生电极



提示

通过一个防拉装置可保护电极电缆不会意外拔出。如果要再次拔出插头，必须先拉回外面的插头套。

3.6.2 连接指示电极（卡尔 费休电量滴定）

- 1 将电极的插头插入 852 Titrando 的 **Ind.** 插口中。

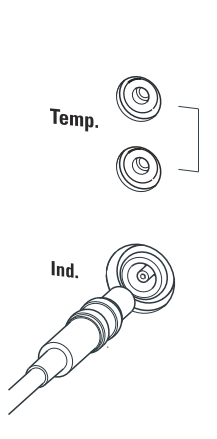


图 19 连接指示电极

**提示**

通过一个防拉装置可保护电极电缆不会意外拔出。如果要再次拔出插头，必须先拉回外面的插头套。

3.6.3 连接极化电极（卡尔-费休滴定法）

- 1 将电极的插头插入 852 Titrand 的 **Pol.** 插口中。

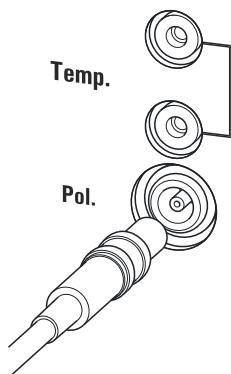


图 20 连接极化电极

**提示**

通过一个防拉装置可保护电极电缆不会意外拔出。如果要再次拔出插头，必须先拉回外面的插头套。

3.6.4 连接温度传感器

在 **Temp.** 接口上可连接类型为 Pt1000 或 NTC 温度传感器。

- 1 将温度传感器插头插入 852 Titrando 的 **Temp.** 插口中。

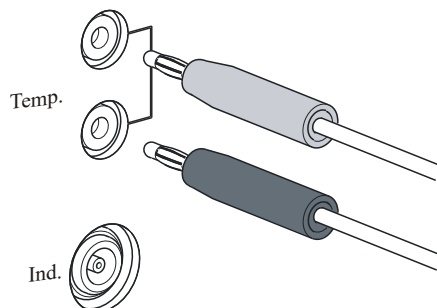


图 21 连接温度传感器



提示

将红色插头始终插入红色插口中。只有这样才能保证屏蔽电流干扰作用。

4 卡尔·费休滴定法

4.1 电量滴定法

4.1.1 卡尔·费休电量滴定法的原理

卡尔·费休电量滴定是一种卡尔·费休传统水份测定方法。该传统方法使用碘、二氧化硫和一种碱作为缓冲物质的甲醇溶液。当滴定含水样品时，将发生多项反应，可概括为下列化学总式：



I_2 按上述方程式与 H_2O 大量起反应。该化学方程式奠定了水份测定的基础。

进行卡尔·费休电量滴定时，所需的碘将直接在含碘电解液中以电化学方式生成（“电子滴管”）。在电荷电量和产生的碘量之间有严格的数量关系，此关系用于高精度的碘滴定。因为卡尔·费休电量滴定方法是绝对值测定，所以无须测定滴定度。只须要确认生成碘的反应是以 100% 电流效应进行。所有目前能用的试剂均可保证这点。

终点指标以电压方式完成，用双铂电极显示恒定强度的交流电。由此在铂丝之间产生压差。一旦有极少量的碘存在，则此压差将会急剧缩小。这一现象被用于确定滴定终点。

4.1.2 用标准水样作业

4.1.2.1 认证的标准水样

为作为完整内置的系统来校验仪器，应使用获得认证、含水份为 $1.00 \pm 0.003 \text{ mg/g}$ 和/或 $0.10 \pm 0.005 \text{ mg/g}$ 的常规标准水样。



提示

1.0 mg/g 的标准水样在操作中更简单，因此优先使用。

表格 1 建议的称重范围

标准水样 1.0 mg/g	0.2–2.0 g
标准水样 0.1 mg/g	0.5–5.0 g

4.1.2.2 实践建议

校验时必须极为精确地操作。为尽量减少可能出现的测量精确度问题，样品前处理及样品处理应按定义的示意图进行：

- 1 戴上手套（进行卡尔·费休滴定始终如此）。
- 2 取用一个干净的注射器。



提示

如果您使用 0.1 mg/g 的标准水样，则必须使用玻璃注射器。
如果您使用 1.0 mg/g 的标准水样，则可使用塑料注射器或玻璃注射器。

- 3 取用一个新的标准水样安瓿瓶，并短暂摇晃。
- 4 在拇指和食指之间叠放一块纸巾，将安瓿瓶在标记处掰断。
- 5 将大约 1 mL 的标准水样抽入注射器中。
- 6 将注射器的活塞抽到最高处，并稍微翻转注射器。
注射器的内部将被标准水样洗刷，且不再有水污染。
- 7 使用过的标准水样丢弃到废料瓶中。
- 8 将剩余的标准水样抽入注射器中，尽可能吸入时没有空气。
- 9 将注射器中可能有的气泡推出。
- 10 用一张不掉毛的纸巾擦针，并用其所属的盖子盖上。
- 11 将注射器放在天平上，并按下 **[TARA]**。
- 12 一旦 852 Titrande 上的漂移状态稳定，则拿起注射器，按下 **[START]**（开始），并穿过隔垫注入大约 1 mL 的标准水样。
此时有两种可能：
 - 第 1 种：
标准水样进样，但针头不要浸入试剂中。如果在针头上还挂着一小滴，则须把针头从隔垫中抽出之前将其吸回。
标准水样不应溅到电极或滴定杯壁上。

- 第 2 种：
将标准水样直接在试剂液面下进样。
请您注意，当您从试剂中抽出注射器时，不要吸入液体。

13 将注射器用同样的盖子盖上，并重新放到天平上。

14 若 Titrand 上连接了天平，则可直接从天平获取样品量。

15 一旦测定结束后，且滴定杯重新平衡（漂移稳定），可开始进行下一个测定。

4.1.3 样品添加

本章包含关于样品输送的一些提示。此处无法详述这一主题。您可在试剂生产厂家文献及下列万通应用报告（Metrohm Application Bulletins）中找到更多提示：

报告编号	标题
142 号	在非爆炸性气体中按卡尔·费休（Karl Fischer）方法进行水份测定
145 号	按照卡尔·费休炉方法在合成材料中测定少量水份含量
209 号	按照卡尔·费休方法对绝缘油、碳氢化合物及其制品进行电量水份测量

4.1.3.1 样品量数值

样品天平应小些，以便能在同样的电解液中滴定尽量多的样品，使滴定时间较短。但是请注意，样品至少含有 50 μg H_2O 。下表给出样品量的依据。

表格 2 建议的样品量

样品的水份含量	样品量	得出的水份含量
10000 ppm = 1%	10–100 mg	100–1000 μg
1000 ppm = 0.1%	100 mg–1 g	100–1000 μg
100 ppm = 0.01%	1 g	100 μg
10 ppm = 0.001%	5 g	50 μg

4.1.3.2 使用液态样品作业

液态样品用一个注射器注入。样品可用两种方式注射：

- 取用一个带长针头的注射器，针头将在进样时浸入试剂。
- 取用一个带短针头的注射器，并将最后液滴重新吸入针头。

最好以重新称重的方式测定注射的样品。

对于**微量元素测定和校验**来说应使用玻璃注射器。我们建议您使用专业注射器生产厂家生产的产品。

微稀或低粘度的样品应在样品采样之前冷却。由此将避免在作业过程中出现损失。但是不可直接冷却注射器，因为这样会形成冷凝水。出于同样原因，不可在之前抽入冷却样品的注射器中吸入空气。

高粘度样品可通过加热稀释。同时注射器必须也加热。也可使用一种合适的溶液来达到同样目的。此时必须测定溶液的水份含量，并去除空白值。

膏状及油脂性样品可用一个不带针的注射器导入滴定杯内。为此您可使用磨口开孔。如果您还要吸取的话，可使用带隔塞的开口。最好以重新称重的方式测定样品量。

对于那些仅含有**水痕**的样品来说，必须将注射器预先干燥。可能的话应将注射器用样品溶液冲洗，就是反复多次抽取并挤出溶液。

4.1.3.3 使用固体样品作业

如果可能的话，固态样品在一种合适的溶液里稀释或溶解。产生的溶液将被注射，但必须对此溶液进行空白值修正。

如果对于一种固态样品来说找不到合适的溶液，或者该样品与卡尔·费休试剂起反应，则应使用卡尔·费休炉。

当固体样品直接给入滴定杯时，应使用不带隔膜的发生电极。样品可通过磨口开孔或通过侧面开口给入。同时您应该注意：

- 样品完全析出水份。
- 与卡尔·费休试剂不发生任何副反应。
- 电极表面不被样品物质覆盖（不完全的卡尔·费休反应）。
- 发生电极的铂网未损坏。
- 指示电极的铂针未被损伤。

4.1.4 最佳工作条件

4.1.4.1 常规说明

如果使用预先干燥好的滴定杯（连同不带隔膜的发生电极），则在大约 30 分钟之内即达到基本漂移。建议在此时间段内多次小心摇动滴定杯。

若使用带隔膜的发生电极，则您应计算大约 2 个小时的准备时间。

为低于 100 μg 的水量精确测定来说，在使用前将滴定杯过夜预滴定也有好处。

4.1.4.2 漂移

在范围 $\leq 4 \mu\text{g}/\text{min}$ 内的恒定漂移是正常情况。更低的数值也有可能。如果更高的稳定数值出现，则该结果原则上来说还可以，因为可平衡此漂移。

保持较高漂移的情况可能会因接触不到的滴定杯部位有含水沉淀而造成。在这种情况下，通过摇晃滴定杯可以降低该值。请您注意，在滴定杯中的液面上部没有形成液滴。

如果您使用带隔膜的发生电极，则摇晃滴定杯的强度不能使阴极电解液和阳极电解液不要混合。如果摇动滴定杯之后漂移仍然保持较长时间过高，则应更换电解液。阴极电解液应每周更换一次。

潮湿的电解质可能是造成过高漂移的另一个原因。可用 KF 单组份试剂对潮湿的电解质进行干燥。

如果您使用卡尔·费休炉，则漂移 $\leq 10 \mu\text{g}/\text{min}$ 为正常情况。此漂移与气体流速（气流越小，则漂移越低）及环境空气湿度有关。

4.1.4.3 更换试剂

下列情况下电解质溶液必须更换：

- 滴定杯过满。
- KF 试剂性能耗尽。
- 漂移过高，并且通过摇动滴定杯无法改善。
- 在滴定杯中形成双层混合；在这种情况下也仅可对样品层进行抽吸。

最好通过抽吸来除去使用过的电解液。为此您可以使用例如内置隔膜泵的 *803 Ti Stand*。优点是无须将滴定杯取下。

严重脏污的情况下，可用合适的溶液冲洗滴定杯，然后也将其抽吸除去。

使用带隔膜的发生电极时，应每周更换阴极电解液。更长时间地使用可能造成阴极室出现黑迹及黄色沉淀物。同样，难闻的气味也是阴极电解液使用过长的标记。

4.1.4.4 指示电极

脏污的指示电极可用去污剂（抛光套件 6.2802.000 或牙膏）小心地清洁。清洁之后用乙醇冲洗。

指示电极的两个铂丝应尽可能平行。在使用电极之前检查铂丝。

4.2 容量法滴定

4.2.1 卡尔·费休容量滴定的原理

卡尔·费休容量滴定是一个传统方法用于水份测定。该方法使用碘、二氧化硫和一种碱作为缓冲物质的甲醇溶液。当滴定含水样品时，将发生多项反应，可概括为下列化学总式：



根据上述等式， I_2 与 H_2O 发生定量反应。该化学方程式奠定了水份测定的基础。

传统的卡尔·费休方法在过去几年中不断改进。其改进过程不仅包括试剂配液的精细及自动化，而且也包括终点指标及试剂的改进。此方法的缺点是试剂不完全稳定。因此必须定期重新测量滴定度。

4.2.2 终点测定

滴定终点将用一种电化学指示方法来测定。为此将使用双铂丝电极或者双铂环形电极。分为以下两种指示方法：

双安培指标 (Upol)

在电极上将加载一个恒定电压，并测量产生的电流。

双伏特指标 (Ipol)

在两个电极之间，将通上直流或交流电，并测量产生的电压。

4.2.3 卡尔·费休溶液

单组分试剂

所有反应的组成部分均包含在一种溶液中，碘、二氧化硫和碱，溶于合适的酒精里。

双组分试剂

反应的组成部分溶于两种分离开的溶液中。滴定溶液的甲醇里含碘。KF 溶剂是含二氧化硫和碱的甲醇溶液。作为工作介质来填满卡尔·费休滴定杯。

4.2.4 卡尔·费休滴定法的应用

容量卡尔·费休滴定法被优先使用在介于 0.1 和 100% 之间的水量测定上。其优点在于，固态及糊状的样品也可直接放入滴定管中。除此之外，还可使用多种与各样品适合的有机溶剂。

4.2.5 用标准水样作业**4.2.5.1 认证的标准水样**

为了作为完整内置的系统来校验仪器，应使用通用认证的、水份含量为 10.0 ± 0.1 mg/g 的标准水样。

4.2.5.2 实用建议

(参见章节 4.1.2.2, 第 39 页)

4.2.6 样品添加

本章包含关于样品添加的一些提示。更多说明请您在试剂生产厂家文献和万通的卡尔·费休专题论著中查询。

4.2.6.1 样品量数值

样品进样量应小些，以便能在同样的电解液中滴定尽量多的样品，使滴定时间较短。但是请注意，样品至少含有 $50 \mu\text{g H}_2\text{O}$ 。下面的表格给出了样品量的依据。

表格 3 大约的样品量，单位为克 (5 mL 计量管体积)

样品的水份含量	KF 试剂 1	KF 试剂 2	KF 试剂 5
0.5 %	0.1 ... 0.9	0.2 ... 1.8	0.5 ... 4.5
1.0 %	0.05 ... 0.45	0.1 ... 0.9	0.25 ... 2.25
5.0 %		0.02 ... 0.18	0.05 ... 0.45
10.0 %			0.03 ... 0.22
25.0 %			
50.0 %			

表格 4 大约的样品量，单位为克 (10 mL 计量管体积)

样品的水份含量	KF 试剂 1	KF 试剂 2	KF 试剂 5
0.5 %	0.2 ... 1.8	0.4 ... 3.6	
1.0 %	0.1 ... 0.9	0.2 ... 1.8	0.5 ... 4.5
5.0 %	0.02 ... 0.18	0.04 ... 0.36	0.1 ... 0.9
10.0 %		0.02 ... 0.18	0.05 ... 0.45
25.0 %			0.02 ... 0.18
50.0 %			0.02 ... 0.09

表格5 大约的样品量, 单位为克 (20 mL 计量管体积)

样品的水份含量	KF 试剂 1	KF 试剂 2	KF 试剂 5
0.5 %	0.4 ... 3.6		
1.0 %	0.2 ... 1.8	0.4 ... 3.6	
5.0 %	0.04 ... 0.36	0.08 ... 0.72	0.2 ... 1.8
10.0 %	0.02 ... 0.18	0.04 ... 0.36	0.1 ... 0.9
25.0 %		0.02 ... 0.14	0.04 ... 0.36
50.0 %			0.02 ... 0.18

KF 试剂 1: 1 mL KF 试剂与大约 1 mg H₂O 反应

KF 试剂 2: 1 mL KF 试剂与大约 2 mg H₂O 反应

KF 试剂 5: 1 mL KF 试剂与大约 5 mg H₂O 反应

4.2.6.2 使用液态样品作业

液态样品用一个注射器注入。样品可用两种方式注射:

- 取用一个带长针头的注射器, 针头将在进样时浸入试剂。
- 取用一个带短针头的注射器, 并将最后液滴重新吸入针头。

最好以重新称重的方式测定注射的样品。

对于**微量元素测定和校验**来说应使用玻璃注射器。我们建议您从专业注射器生产厂家购买这些玻璃注射器。

微稀或低粘度的样品应在样品采样之前冷却。由此将避免在作业过程中出现损失。但是不可直接冷却注射器, 因为这样会形成冷凝水。出于同样原因, 不可在之前抽入冷却样品的注射器中吸入空气。

高粘度样品可通过加热稀释。同时注射器必须也加热。也可用适当的溶剂稀释来达到同样目的。此时必须测定溶液的水份含量, 并去除空白值。

粘性样品可用一个不带针的注射器导入测量室内。为此您可使用磨口开孔。最好以重新称重的方式测定添加的样品量。

4.2.6.3 使用固体样品作业

如果可能的话, 将固体样品在适当的溶剂里萃取或溶解。产生的溶液将被注射, 但必须对此溶剂进行空白值校正。

如果对于一种固态样品来说找不到合适的溶剂, 或者该样品与卡尔·费休试剂起反应, 则应使用卡尔·费休炉。

如果固体样品必须直接送入滴定杯中, 则可通过磨口开孔给入。同时您应该注意:

- 样品完全析出水份。
- 与卡尔·费休试剂不发生任何副反应。

- 电极表面不被样品物质覆盖（不完全的 KF 反应！）
- 指示电极的铂针未被损伤。

4.2.7 优化的工作条件

4.2.7.1 漂移

在范围 $\leq 10 \mu\text{g}/\text{min}$ 内的恒定漂移是正常情况。但更低的数值也有可能。如果更高的稳定数值出现，则该结果原则上来说还可以，因为可平衡此漂移。

保持较高漂移的情况可能会因接触不到的部位有含水沉淀而造成。在这种情况下，通过摇晃滴定管可以降低该值。请您注意，在滴定管中的液面上部没有形成液滴。

如果您使用卡尔·费休炉，则漂移 $\leq 10 \mu\text{g}/\text{min}$ 为正常情况。此漂移与气流有关（气流越小，则漂移越低）。

4.2.7.2 更换试剂

下列情况下电解液必须更换：

- 滴定管过满。
- 漂移过高，并且通过摇动滴定杯无法改善。

最好通过抽吸来除去使用过的电解液。为此您可以使用例如内置隔膜泵的 *803 Ti Stand*。优点是无须将滴定杯取下。

严重污染的情况下，可用合适的溶液冲洗滴定杯，然后也将其抽吸除去。

4.2.7.3 指示电极

新的指示电极可能需要一定磨合时间以使表面成形。此时可能会发生滴定时间超长及测量结果过高的情况。但是这种现象将在使用一小段时间后消失。为了让新的指示电极能调整好，例如可以用 852 Titrande 在夜间预滴定。

脏污的指示电极可用去污剂（抛光套件 6.2802.000 或牙膏）小心地清洁。清洁之后用乙醇冲洗。

指示电极的两个铂丝应尽可能平行。在使用电极之前检查铂丝。

5 运行和保养

5.1 一般提示

5.1.1 护理

852 Titrande 需要进行适度护理。仪器过脏会在一定程度上引发功能故障，并缩短原本坚固耐用的机械部件和电子部件的使用寿命。

溢出的试剂（化学品）和溶剂应马上清除。最重要的是保护仪器背面的插头连接（特别是电源接线盒）不被波及。



小心

虽然在设计上已采取了对这些部位相应的保护措施，但是如果腐蚀性的化学物品进入了仪器内部时，请立即拔出电源插头，以免对仪器的电子装置造成严重损害。如果仪器受到严重损害请务必通知万通服务人员。

5.1.2 由万通服务人员进行维护

852 Titrande 的保养工作最好是在每年的维护服务中，由万通公司的专业人员进行。如果经常使用腐蚀性和锈蚀性的化学品，也可缩短保养间隔时间。

万通服务部门可随时为您提供有关万通仪器维护和保养的专业咨询。

5.2 发生电极

5.2.1 无隔膜的发生电极

无隔膜的发生电极 6.0345.100 使用简便且易于清洁。仅需一种试剂，即可迅速投入使用（隔膜中没有水份储存！）无隔膜的发生电极可用于大多数应用情况。当您有严重污染的样品时，它特别适用。

5.2.1.1 试剂

仅使用专门用于无隔膜发生电极的试剂。详细内容请您阅读试剂生产厂家的资料。

5.2.1.2 清洗

原则上，无需对部件进行特殊清洁即可更换电解质溶液。如果仍然需要清洁，请注意不要损坏发生电极的铂网。

- **含油污物**
首先用一种溶剂（例如乙烷）清洁，然后用乙醇冲洗。

- **含盐沉淀**

首先用水清洁，然后用乙醇冲洗。

清洁之后使各部件完全干燥。为此可使用吹风机。如果部件在干燥箱内进行干燥，则温度不可超过 70°C（塑料部件）！

5.2.2 带隔膜的发生电极

当样品含酮时，方可使用带隔膜 6.0344.100 的发生电极，因为仅用于带隔膜的发生电极才有针对酮的特殊试剂。如果您的试剂电导率很低，例如您必须因样品溶解性加入氯仿，则您应优先使用带隔膜的发生电极。同样，当您在最低微量元素范围内要求高精度时，也建议用它。

5.2.2.1 试剂

用于带隔膜发生电极的电量水份测量试剂由注入滴定杯中的阳极电解液（Anolyt）及注入发生电极中的阴极电解液（Katholyt）组成。

为测量酮中的水份，必须使用特殊试剂（参见试剂生产厂家资料）。

5.2.2.2 清洗

原则上，无需对部件进行特殊清洁即可更换电解质溶液。如果仍然需要清洁，请注意不要损坏发生电极的铂网。

- **隔膜上的粘性残渣**

将发生电极竖直挂在一个支架杆上，用浓缩 HNO₃ 填充，并放置一夜。首先用水，然后用乙醇冲洗。

- **含油污物**

首先用一种溶剂（例如乙烷）清洁，然后用乙醇冲洗。

- **含盐沉淀**

首先用水清洁，然后用乙醇冲洗。

- **清洁（冲洗）隔膜**

用甲醇填充发生电极的阴极室，并让其充满溢出。此过程执行 2 - 3 次。在进行如上所述的清洁之后也应执行此过程。

清洁之后使各部件完全干燥。为此可使用吹风机。如果部件在干燥箱内进行干燥，则温度不可超过 70°C（塑料部件）！

6 排除故障

6.1 概述

问题	原因	补救方法
仪器已接通电源，但 LED 指示灯 "On" 仍然不亮。	<i>Touch Control 或计算机尚未接通，或插头未插好。</i>	<ol style="list-style-type: none"> 1. 检查插头连接。 2. 接通 Touch Control 或计算机。

6.2 卡尔·费休滴定法

问题	原因	补救方法
预滴定过程中的漂移非常高。	<i>滴定杯密封不严。</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 检查密封件及样品隔垫。需要的话，将其更换。 ▪ 更换分子筛。
每次滴定后，漂移均会增高。	<i>样品非常缓慢地给出水份。</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 修改方法。 ▪ 添加助溶剂。 ▪ 提高工作温度（可能需要使用 KF 干燥炉）。 ▪ 参见专业书刊。
	<i>发生副反应。</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 使用特殊试剂。 ▪ 修改方法（在高/低温下工作、外部萃取）。 ▪ 参见专业书刊。
	<i>pH 值不再处于优化范围内。</i>	添加缓冲液物（参见专业书刊）。
无法结束滴定。	<i>滴定杯密封不严。</i>	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 检查密封件及样品隔垫。需要的话，将其更换。 ▪ 更换分子筛。
	<i>最小增量过小。</i>	选择用户定义的滴定速度，并提高最小容量增量（参见所使用的软件手册/帮助）。
	<i>停止标准不合适。</i>	更改控制参数（参见所使用的软件手册/帮助）： <ul style="list-style-type: none"> ▪ 提高停止漂移。 ▪ 选择较短的延迟时间。

问题	原因	补救方法
	另请参见：每次滴定后，漂移均会增高。	
样品过度滴定。	滴定结束时的增量过大。	<ul style="list-style-type: none"> 选择用户定义的滴定速度，并降低配液速度（参见所使用的软件手册/帮助）。下列试验可为最佳配液速度提供一个依据：在预滴定过程中，在无不要启动滴定的情况下显示漂移并添加样品。选择一个小于此过程中的最大漂移值作为配液速度。 更快地搅拌。
	工作介质中的甲醇含量过低。	<ul style="list-style-type: none"> 更换工作介质。 若使用混合溶液进行工作，则降低溶液助溶剂的含量，参见专业书刊。
	电极可能被覆盖。	用乙醇或一种合适的溶液清洗电极。
每次滴定后，溶液的颜色均会变深。		更换工作介质。
	电极可能被覆盖。	用乙醇或一种合适的溶液清洗电极。
	电极短路。	<ol style="list-style-type: none"> 检查铂针。 启动电极测试。
过快到达终点。	调节范围之外的配液速度过快。	选择用户定义的滴定速度，并降低配液速度（参见所使用的软件手册/帮助）。
容量滴定的滴定时间越来越长。	若为双成分溶液的情况，则溶液的缓冲能力可能用尽。	更换工作介质。

6.3 SET 滴定

问题	原因	补救方法
无法结束滴定。	最小加液速度过低。	选择用户定义的滴定速度，并提高最低加液速度（参见所使用的软件手册/帮助）。
	停止标准不合适。	更改控制参数（参见所使用的软件手册/帮助）： <ul style="list-style-type: none"> 提高停止漂移。 选择较短的延迟时间。

问题	原因	补救方法
样品过度滴定。	控制参数不合适。	更改控制参数（参见所使用的软件手册/帮助）： <ul style="list-style-type: none"> ▪ 滴定速度 = 选择慢。 ▪ 选择用户定义的滴定速度，并增大动态范围。 ▪ 选择用户定义的滴定速度，并降低最高速度。 ▪ 选择用户定义的滴定速度，并降低最低速度。 ▪ 更快地搅拌。 ▪ 最佳地面罩电极和尖头。
	电极反应过于缓慢。	更新电极。
滴定时间过长。	控制参数不合适。	更改控制参数（参见所使用的软件手册/帮助）： <ul style="list-style-type: none"> ▪ 滴定速度 = 选择最优或快。 ▪ 选择用户定义的滴定速度，并缩小动态范围。 ▪ 选择用户定义的滴定速度，并提高最高速度。 ▪ 选择用户定义的滴定速度，并提高最低速度。
	最小加液速度过高。	选择用户定义的滴定速度，并降低最低加液速度（参见所使用软件的手册/帮助）。
结果过于分散。	电极反应过于缓慢。	更新电极。

7 附录

7.1 远程接口

远程控制盒 6.2148.010 能控制无法直接连至 Titrande MSB 接口的设备。

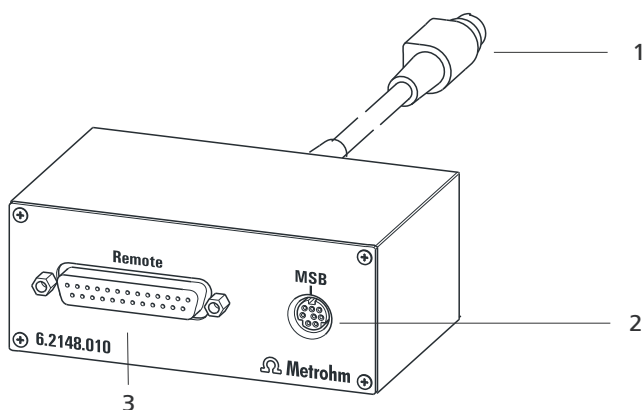


图 22 远程控制盒的接口

1 电缆

用来连接至 Titrande。

2 MSB 接口

Metrohm Serial Bus (万通串行总线接口 MSB)。用于连接外接配液器或搅拌器。

3 远程控制接口

用于连接带有远程接口的设备。

7.1.1 控制接口的引线分配

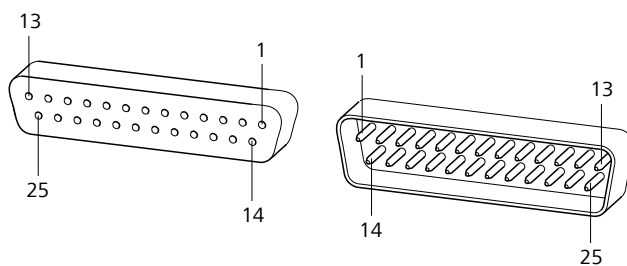
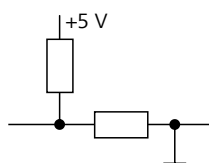


图 23 远程控制插口和插头的引线分配

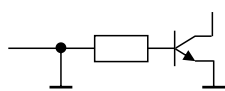
上述引线分配的说明适用于所有带 25 针 D-Sub 控制接口的万通仪器。

输入 (Inputs)

上拉电阻约 50 kΩ

 $t_p > 20 \text{ ms}$

激活 = 低, 未激活 = 高

输出 (Outputs)

三极管的集极开路 (Open Collector)

 $t_p > 200 \text{ ms}$

激活 = 低, 未激活 = 高

 $I_C = 20 \text{ mA}$, $V_{CE0} = 40 \text{ V}$

+5 V: 最大负载能力 = 20 mA

对单个引线的分配及其功能, 下列表格会给出说明。

表格6 远程控制接口的输入及输出

分配	引线编号	功能*
输入 0	21	开始
输入 1	9	停止
输入 2	22	
输入 3	10	退出 (Quit)
输入 4	23	-
输入 5	11	
输入 6	24	
输入 7	12	
输出 0	5	待机 (Ready)
输出 1	18	平衡 (Conditioning) OK
输出 2	4	测定 (Determination)
输出 3	17	EOD
输出 4	3	
输出 5	16	错误 (Error)
输出 6	1	
输出 7	2	警告 (Warning)

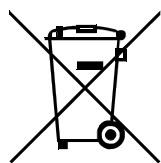
分配	引线编号	功能*
输出 8	6	
输出 9	7	
输出 10	8	
输出 11	13	
输出 12	19	
输出 13	20	
0 伏 / GND	14	
+5 伏	15	
0 伏 / GND	25	

*: 仅当使用 Touch Control 进行操作时信号激活。

表格 7 单个功能的说明

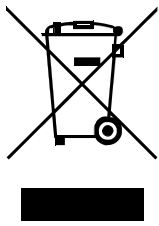
功能	说明
开始	激活时将启动当前方法。 $t_{\text{脉冲}} > 100 \text{ ms}$
停止	激活时将停止 (Stop) 正在进行的方法。 $t_{\text{脉冲}} > 100 \text{ ms}$
退出 (Quit)	激活时将中断当前指令的测定流程。 $t_{\text{脉冲}} > 100 \text{ ms}$
待机 (Ready)	设备准备就绪以接收启动信号。
平衡 (Conditioning) OK	当 SET 和 KFT 滴定平衡 OK 时, 线路接通。该线路保持接通, 直至用 [开始] (START) 来启动测定。
测定 (Determination)	设备执行一次生成数据的测定。
EOD	End of Determination (测定结束)。 当进行样品处理器校正时, 根据测定或缓冲/标准的脉冲 ($t_{\text{脉冲}} = 200 \text{ ms}$)。
错误 (Error)	当显示故障时该线路接通。
警告 (Warning)	当显示警告信息时该线路接通。

8 回收及废弃物处理



按照规定处置化学品和产品，以减少对环境和人类健康的负面影响。当地政府机关、废弃物处理服务单位或经销商提供有关处置的更详细信息。在欧盟范围内正确电气设备废弃物处理，请遵守-WEEE 欧器指令 (WEEE =Waste Electrical-and-Electronic Equipment) 。

9 回收及废弃物处理



按照规定处置化学品和产品，以减少对环境和人类健康的负面影响。当地政府机关、废弃物处理服务单位或经销商提供有关处置的更详细信息。在欧盟范围内正确电气设备废弃物处理，请遵守-WEEE 欧器指令 (WEEE =Waste Electrical-and-Electronic Equipment) 。

10 技术数据

10.1 测量接口

对于所有测量模式来说，测量周期均为 100 ms。

10.1.1 发生电极

一个用于发生电极的接口 (**Gen.**)。

$I_{\text{最大 (max)}}$ 400 mA
持续电流且加脉冲

10.1.2 指示电极

一个用于指示电极的接口 (**Ind.**)。

测量模式 I_{pol} 通过可变的极化电流进行测定
交流 (AC) 5、10、20 和 30 μA
DC (直流安培法) -125 至 +125 μA

10.1.3 温度

用于型号为 Pt1000 或 NTC 的温度传感器 (**Temp.**) 测量输入端，带自动温度平衡补偿。

对于 NTC 传感器，其 R (25 °C) 和 B 值均可进行配置。

测量范围

Pt1000 -150 至 +250 °C
NTC -5 至 +250 °C
(R (25 °C) = 30000 Ω 且 B (25/50) = 4100 K)

分辨率

Pt1000 0.1 °C
NTC 0.1 °C

测量精度

Pt1000 ± 0.2 °C
(适用于测量范围 -20 至 150 °C; ± 1 位; 无传感器错误, 在参照情况下)
NTC ± 0.6 °C
(适用于测量范围 +10 至 +40 °C; ± 1 位; 无传感器错误, 在参照情况下)

10.1.4 极化器

用于极化电极的测量输入 (Pol.)。

测量模式 I_{pol}	通过可变的极化电流进行测定
极化电流	-122.5 至 +122.5 μA (递增: 0.5 μA) -125.0 至 +125.0 μA : 非保证数值, 取决于参比电压 +2.5 V
测量范围	-1200 至 +1200 mV
分辨率	0.1 mV
测量精度	± 0.2 mV (± 1 位, 传感器无错误, 在参照情况下)
测量模式 U_{pol}	通过可变的极化电压进行测定
极化电压	-1225 至 +1225 mV (递增: 25 mV) -1250 至 +1250 mV: 非保证数值, 取决于参比电压 +2.5 V
测量范围	-120 至 +120 μA
分辨率	0.1 μA

10.2 电源连接

电源电压	100 至 240 V ($\pm 10\%$)
频率	50 至 60 Hz ($\pm 3\%$)
功率消耗	最大 45 W
保险丝	过电压保护

10.3 环境条件

室内温度自动监控	
标称作用范围	+5 至 +45°C 相对空气湿度最大为 80%, 非冷凝
储存	+5 至 +45°C 相对空气湿度最大为 80%, 非冷凝
使用高度 / 压力范围	最高海拔 2000 m / 最小 780 mbar
过电压类	II
污染程度	2

10.4 规格

宽度	142 mm
高度	227 mm
深度	231 mm
重量	3.1 kg (不含附件)
材料 (外壳)	聚对苯二甲酸丁二醇酯 (PBT)

10.5 接口

USB 接口

USB 端口	2 个 500 mA USB 下游端口 (A 类型插口), 用于连接外围设备, 如打印机、键盘、条形码读取器或 RS-232/USB Box (6.2148.020)。
--------	--

“控制器”接口

控制器端口	USB 上游端口, 带附加的能源供应 (Mini-DIN 插口), 用于连接 Touch Control 或计算机来控制 852 Titrand。带 Touch Control 内置的电缆。
Touch Control	带电缆 6.2151.000
计算机	

MSB 接口 (万通串行总线接口 (Metrohm Serial Bus))

加液器	连接最多 4 个外接 Dosimat 或 Dosino 类型加液器 (MSB 1 至 MSB 4)。
搅拌器	连接最多 4 个搅拌器。 搅拌控制: 手动接通/关断或与滴定流程进行协调。 速度分为 15 级, 且可选择转动方向。
Remote Box	连接最多 4 个 Remote Box。通过 Remote Box 可对外部仪器进行操控和控制。

- MSB
 连接仪器 13
 MSB 接口 2
- P**
PREP 3
- Q**
驱动软件
 安装 12
- R**
容量 KF 滴定
 单组分试剂 43
 双组分试剂 43
容量滴定
 KFT 3
 MET 3
 SET 3
Remote Box
 连接 16
- S**
升级
 设备软件 2
输送吸管
 安装 28
- SET 2
- T**
天平 19
条形码读取器
 连接 20
Titrande 系统 1
Touch Control
 连接 10
- U**
USB 集线器
 连接 18
USB 接口 2
- W**
温度 58
温度传感器
 连接 35
- X**
吸附管
 充满 23
系统测试 10
- Y**
样品
 固体 41, 45
 液体 40, 45
样品量
 数值 40, 44
仪器描述 2
仪器软件
 升级 2
阴极电解液
 更换 42
引线分配 52
远程控制
 接口 52
 引线分配 52
运行 58
- Z**
指示电极
 运行电极 42, 46
准备时间
 不带隔膜的发生电极 41
 带隔膜的发生电极 41
自动进样器
 带炉模块 30