

860 KF Thermoprep



手册

8.860.8003CN / v9 / 2025-12-09



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

860 KF Thermoprep

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	仪器描述	1
1.1.1	仪器部件	1
1.1.2	常规应用	1
1.2	文献说明	2
1.2.1	惯用图例	2
1.3	显示附件	3
2	安全	4
2.1	安全提示	4
2.1.1	常规安全说明	4
2.1.2	电路安全	4
2.1.3	人员保护	5
2.1.4	可燃样品和溶剂	5
3	仪器概览	6
4	安装	8
4.1	安放仪器	8
4.1.1	包装	8
4.1.2	检查	8
4.1.3	场地	8
4.2	将设备连接到供电系统上	8
4.3	安装支架杆	9
4.4	安装样品瓶适配器	12
4.5	安装针	13
4.6	安装加热管	14
4.7	安装滤尘器	15
4.8	调试干燥瓶	16
4.9	气体接口/氮气接口的调试	18
4.10	加热管置入 KF 滴定杯	18
5	操作	21
5.1	仪器的接通和关断	21
5.2	按键区	21
5.3	显示屏	22
5.3.1	显示元件	22
5.3.2	状态显示	22



5.3.3	错误信息	23
5.4	数值和设置的改变	23
5.4.1	在选项列表中进行选择	23
5.4.2	数值的改变	24
5.5	参数	24
5.6	配置	25
6	进行测定	27
6.1	平衡系统	27
6.1.1	准备 KF 滴定杯	27
6.1.2	860 KF Thermoprep 准备	28
6.2	测定空白值	30
6.3	样品测定	31
7	运行和保养	33
7.1	常规说明	33
7.2	护理	33
8	排除故障	34
8.1	故障及故障的排除	34
9	回收及废弃物处理	35
10	附录	36
10.1	实用的提示	36
10.2	参考文献	37
11	技术数据	38
11.1	炉	38
11.2	气体流速	38
11.3	排气加热器	38
11.4	环境条件	38
11.5	能源供应	39
11.6	参照情况	39
11.7	规格	39
	索引	40

插图目录

图 1	正面 860 KF Thermoprep	6
图 2	背面 860 KF Thermoprep	7
图 3	松解适配器	9
图 4	安装支架杆	10
图 5	安装管	10
图 6	固定适配器	11
图 7	安装支架杆	11
图 8	安装样品衬芯	12
图 9	安装针	13
图 10	安装加热管（后视图）	14
图 11	连接加热管	15
图 12	安装滤尘器	15
图 13	准备干燥瓶	16
图 14	安装管	17
图 15	外部气体连接	18
图 16	库仑法 KF 滴定杯	19
图 17	容量法 KF 滴定杯	20
图 18	主机电源开关	21
图 19	操作单元的键盘	21
图 20	主对话框	22
图 21	样品容器放进炉内	28
图 22	将导向头向下移动。	29
图 23	针头的插入	29

1 引言

1.1 仪器描述

当需要对样品加热和/或需要对固体物质中或液体进行热处理除湿的时候，860 KF Thermoprep 就派上用场了。860 KF Thermoprep 与库仑法滴定仪或容量法滴定仪构成了理想的水份测定分析系统，该分析系统用于测量含有破坏成分、或是其水份很难蒸发的样品。

其突出的优点是将样品准备工作简化到最少。由于使用了密闭式样品容器（“顶空小管”），可在现场直接充装样品。即使在长时间存放后，PTFE（聚四氟乙烯）涂层隔垫仍将确保瓶内样品稳定保真的水份含量。

在炉模块中加热的样品，其水份将以水蒸汽的形式释放，这些水蒸汽将由气流输送到测量室。内置安装了一个气泵，用于生成气流。有一个进口阀可供用于输入氮气或其他惰性气体。水份的测定可以在测量室按照卡尔费休的库仑法或容量法完成。

1.1.1 仪器部件

860 KF Thermoprep 有以下部件：

- **炉**
用软件控制铝制炉模块的温度，以此加热样品容器。
- **风扇**
螺旋风扇用于炉模块的降温。
- **进口阀**
用于切换气流来源的阀。
- **气泵**
用于生成气流的泵。
- **排气加热器**
用于防止湿气凝结的加热管。
- **支架杆**
带有针适配器和气流管线的导向装置。
- **操作单元**
单色 LCD 显示和键盘。

1.1.2 常规应用

860 KF Thermoprep 是为分析试验室中作为样品前处理的辅助设备而设计的。其主要应用领域为按卡尔·费休（Karl Fischer）方法进行（库仑法或容量法）水份测定。860 KF Thermoprep 使加热流体萃取技术成为现实。

本仪器适用于处理化学品及可燃性样品。因此，在使用 860 KF Thermoprep 时，要求用户具备与毒性和刺激性物质打交道方面的基础知识和经验。此外，还需要有应用实验室规定防火措施方面的知识。

1.2 文献说明



小心

仪器投入运行前请认真阅读本文献资料。为了保证仪器安全运行，用户必须遵循本文献中所包含的各种信息和警告。

1.2.1 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。

1.3 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。

2 安全

2.1 安全提示

2.1.1 常规安全说明



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。

2.1.2 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。
仪器只能在门关闭的情况下运行。

2.1.3 人员保护



警告

操作 860 KF Thermoprep 时请佩戴护目镜和适合实验室工作的工作服。



警告

炉和样品容器能够承受高至 **250 °C** 的温度！避免直接皮肤接触。
使用随运的封口钳或其它合适的工具，将样品容器放置炉中或从炉中取出。在如果需要的话，请戴上隔温的手套。



警告

针头可造成**严重受伤危险**。在您将针头放入样品容器中时，请用双手拿住针适配器的把手。确保此过程中没有其他人员出现在危险区域。

2.1.4 可燃样品和溶剂



警告

使用可燃样品工作、或者添加溶剂时，须注意相关的安全措施。

- 使用氮气或其它一种惰性气体分离水份。
- 请将设备安放在通风极佳的位置处（例如通风口）。
- 务必使工作平台远离火源。
- 请立即清除漏撒的液体和固体材料。
- 请遵守化学品生产商的安全提示。

3 仪器概览

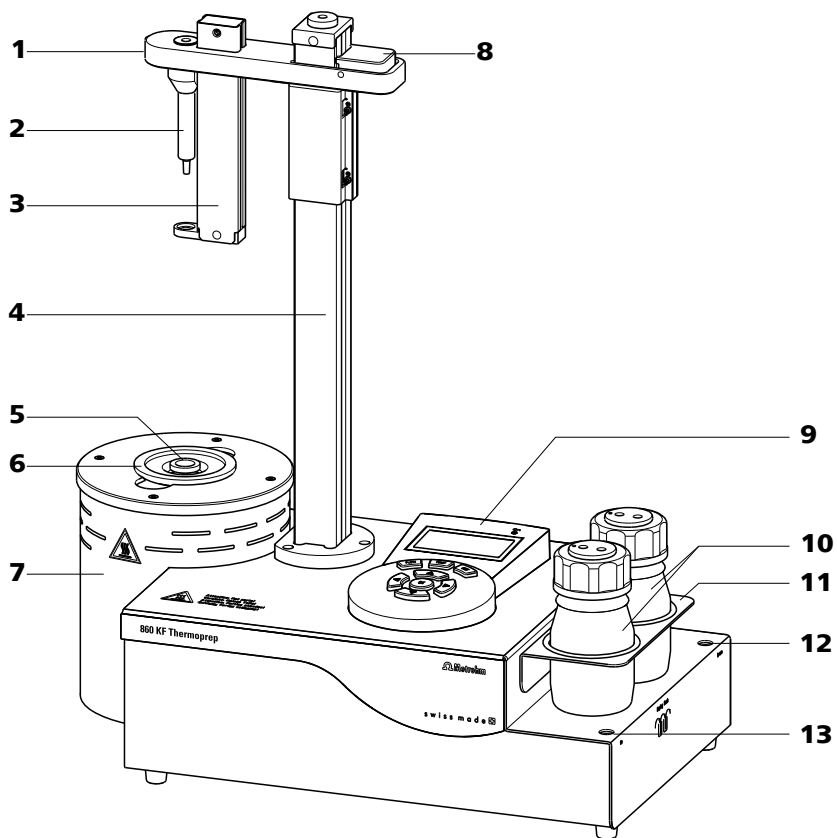


图1 正面 860 KF Thermoprep

1 导向头	2 针架 (6.2049.040) 带针适配器。
3 弹簧套筒 带样品容器推板。	4 支架杆
5 样品容器 (6.2419.007) 容量为 6 mL。	6 样品瓶适配器 (6.2063.010)
7 炉模块 带金属外壳。	8 固定销
9 操作单元 带显示屏和键盘。	10 干燥瓶 (6.1608.050) 带干燥瓶衬芯 6.1602.145。
11 干燥瓶架	12 进气口 带 M6 螺纹。
13 出气口 带 M6 螺纹。	

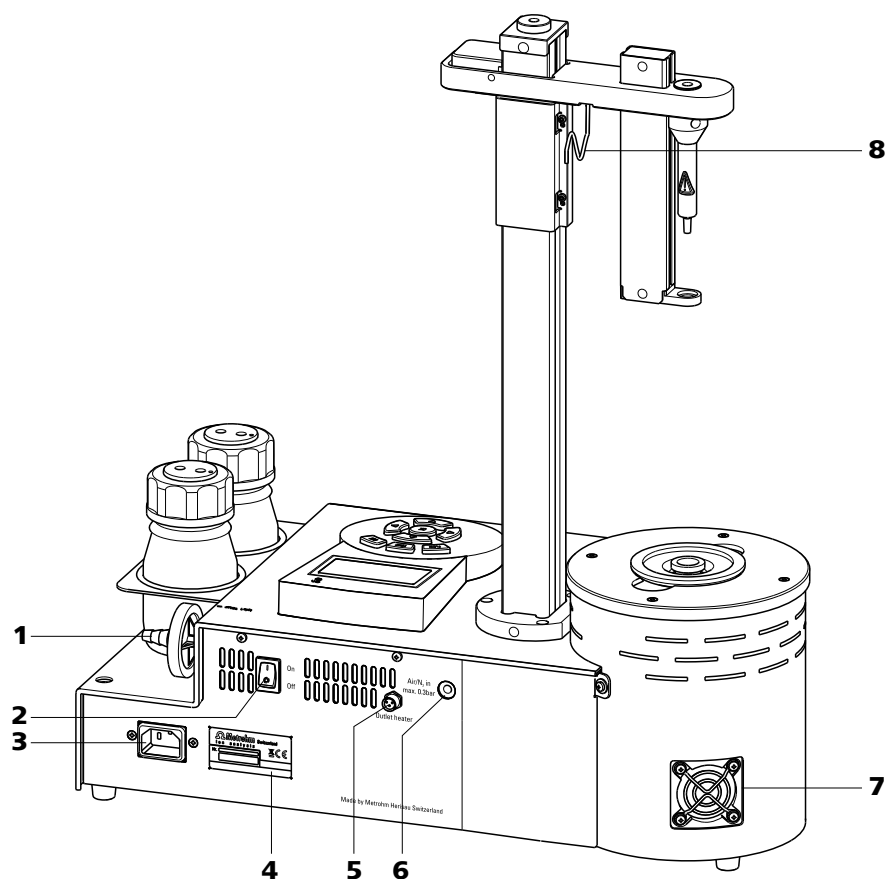


图2 背面 860 KF Thermoprep

1 气泵入口
带滤尘器 6.2724.010。

3 电源接线盒

5 导气管加热器接口
用于加热管。

7 风扇
用于炉模块的冷却。

2 主机电源开关

4 铭牌
包含有关电源电压及产品序列号的说明。

6 气体接口/氮气接口
带 M6 内部螺纹。用于外部供气入口。

8 电缆托架 (6.2060.010)

4 安装

4.1 安放仪器

4.1.1 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。

4.1.2 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。

4.1.3 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。

4.2 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。

4.3 安装支架杆

860 KF Thermoprep 另外配送了带导向头的支架杆，必须先安装支架杆。

请您按如下方式进行：

- 1 通过按压固定杆使支架杆的导向头向下运行一点。

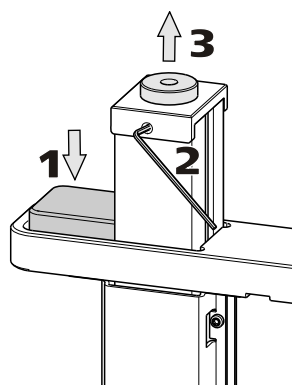


图3 松解适配器

- 2 用一把内六角扳手松解支架杆头上的适配器。
- 3 取下适配器。
- 4 将外壳出口处露出的软管从下部引入支架杆中。



提示

这根管将气体从流量调节器通过支架杆向上输送到导向头。气体从该处输送到双针管，请见下一章。

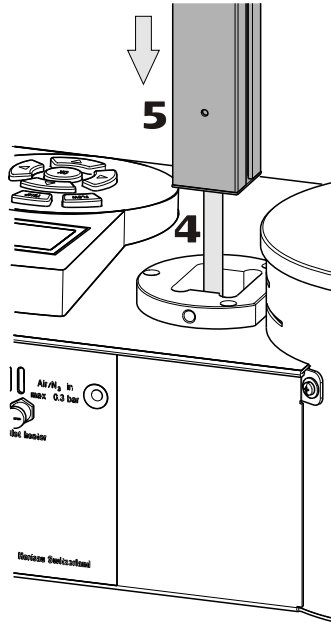


图4 安装支架杆

- 5 将支架杆从上伸入到为此准备的开口中，向下一直碰到底部为止。注意支架杆的定位。
- 6 将支架杆中的软管尽可能地抽出。如果需要的话使用一块砂纸，以便能更好地抓住软管。

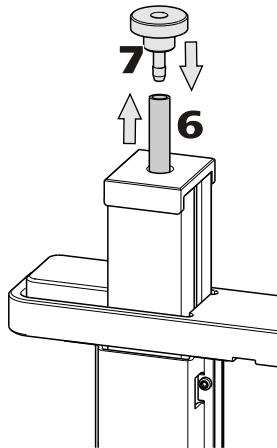


图5 安装管

7 将软管固定在适配器 4.860.4260 的 Olive 式两通上。

8 将软管尽可能地抽出，以使适配器紧靠支架杆。

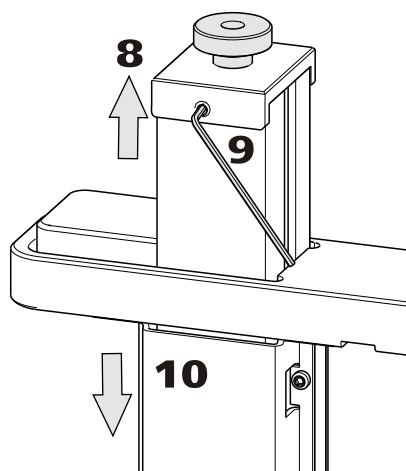


图6 固定适配器

9 将适配器固定在支架杆中。借助一把内六角扳手固定支架杆中的螺丝。

10 小心地向下移动支架杆。

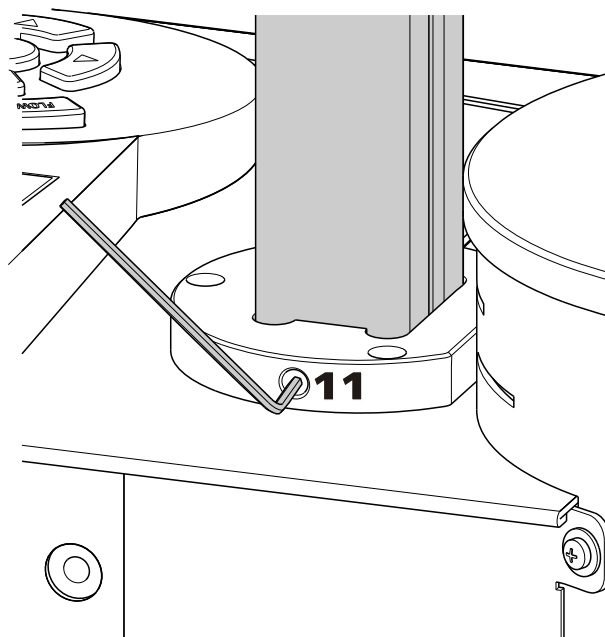


图7 安装支架杆

11 按照图示，用六角螺栓 V.0434.008 固定支架杆。仪器附带的螺栓和所需的内六角扳手均在各自的包装中。

4.4 安装样品瓶适配器

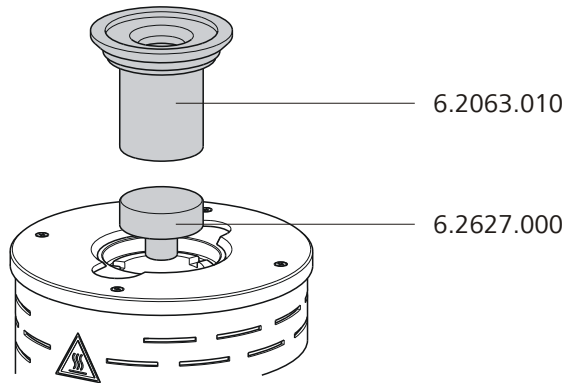


图8 安装样品衬芯



提示

只允许在冷却的状态下装上或取下样品衬芯。

随机供货的样品衬芯尺寸对使用万通 6 mL 样品瓶 6.2419.007 最为理想。由此保证炉和样品间的最大可能性的传热。

1 把炉芯 6.2627.000 从上放置到炉中。

2 将样品瓶适配器 6.2063.010 从上放置到炉中。

如果应使用其它尺寸的容器，则可能需要分别相应的样品衬芯。为此需要准确的容器尺寸（包括允差）。非标准样品容器的尺寸只能在下面的极限值内：

- 直径 10.0 至 32.0 mm
- 浸没深度 20.0 至 45.0 mm

4.5 安装针

针架长度确定了密封进气嘴针浸入样品容器的深度。58 mm 长的 **针架 6.2049.040** 保证针浸入液状或粉末状的样品中。载气可穿透样品流通，有效地排出其所含湿度。

若存在加热样品将针堵塞危险的话，则使用 73 mm 长的**针架 6.2049.050**。在此情况下，密封进气嘴针插入样品容器的深度仅比排气针稍深一些，与样品并无接触。在需要时，可在 Metrohm 订购针架 6.2049.050。

在使用特殊样品容器时，万通公司可按所需的尺寸定制针架。

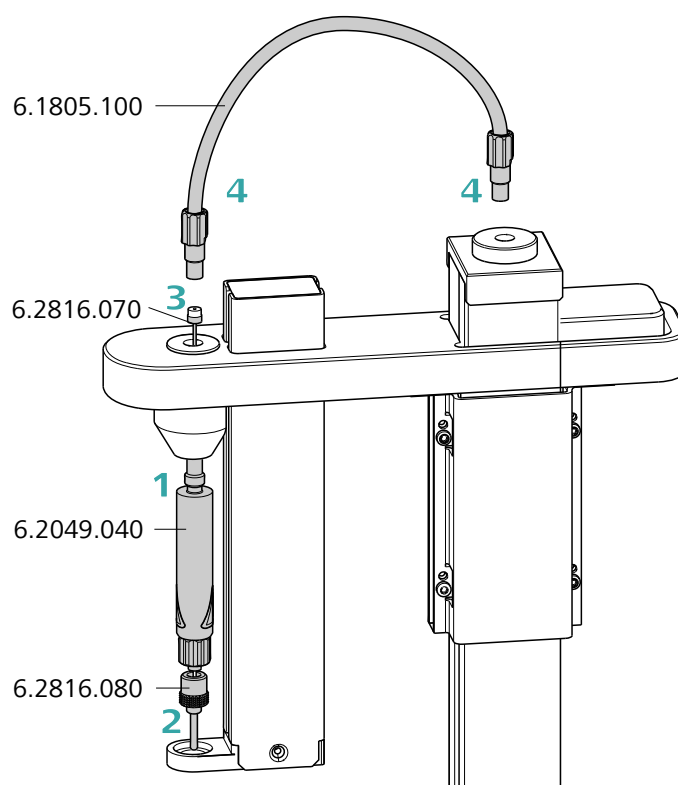


图9 安装针

请按如下方式安装样品针：

- 1 将**针架 6.2049.040** 拧入到导向头的分配器中。
- 2 将**排气针 6.2816.080** 拧到针架的 Luer 式接头上。
- 3 将**进气针 6.2816.070** 小心地从上方插入到分配器的开孔中，并让它向下落。



提示

注意，白色的 PTFE（聚四氟乙烯）密封件牢固地置于针上。

- 4 用手将 FEP 管 6.1805.100 拧到分配器上的开口上。管的另一头拧到支架杆上部的开口处。

4.6 安装加热管

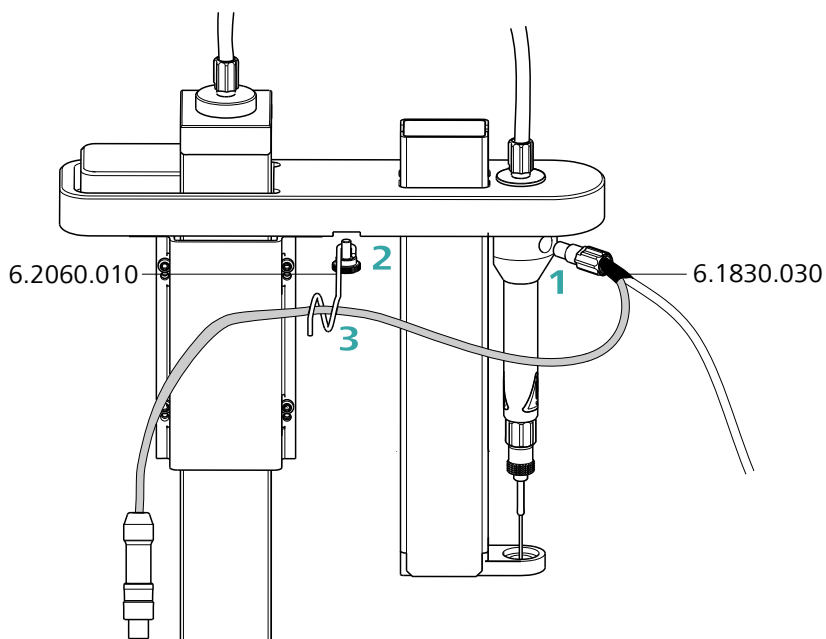


图 10 安装加热管 (后视图)

请您按如下方式进行：

- 1 将加热管 6.1830.030 的 M6 接头拧到导向头的分配器侧面的开口上。
- 2 用附带的滚花螺栓将电缆托架 6.2060.010 从下方拧紧到导向头上。
- 3 将加热管的电缆穿过电缆托架的孔眼。



提示

电缆托架防止加热管的线路碰到灼热机身上的可能。

4 加热管的电缆与仪器背面的 **Outlet heater** 接口连接。

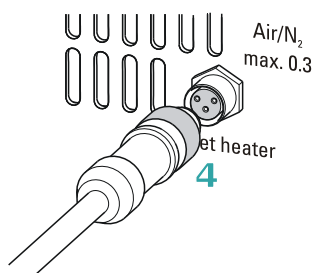


图 11 连接加热管

旋转插头，以使三个触针与相应插孔排列吻合。将插头按进插口中，并按顺时针方向拧前部的滚花螺栓。



提示

仪器一旦接通，加热管的加热套则被加热至大约 40 至 50°C。如果水份从样品中排出，并借助运载气体将其输送到一个 KF 滴定杯中时，这样的方法将防止管路中的水份凝结。

4.7 安装滤尘器

必须防止内置的气泵被灰尘污染。因此必须在外壳右侧进气口 (**Inlet filter**) 处安装一个**滤尘器 6.2724.010**。

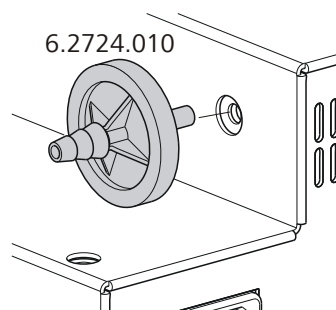


图 12 安装滤尘器

滤尘器应每年更换。

4.8 调试干燥瓶

为了使导入的气体干燥，有两个带有干燥剂的干燥瓶内置在气流系统中。此时必须防止粉尘（比如来自干燥剂）进入到样品容器中的可能。

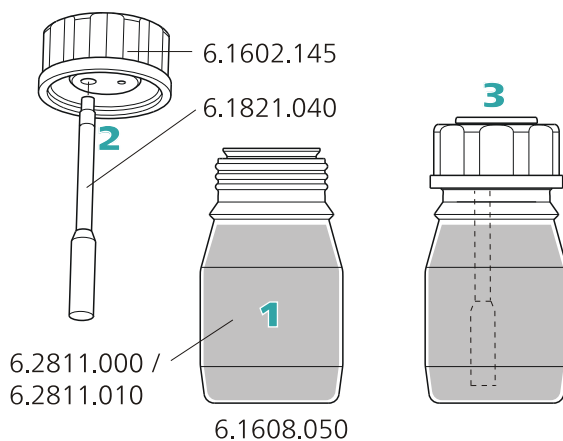


图 13 准备干燥瓶

按照如下方式准备两个干燥瓶：

- 1 将两个干燥瓶 6.1608.050 用分子筛 6.2811.000 / 6.2811.010 装满。
- 2 分别将一个滤管 6.1821.040 从下方拧到一个干燥瓶盖 6.1602.145 上。滤管用手拧紧。
- 3 将两个带滤管的干燥瓶盖拧到两个干燥瓶上。瓶盖用手拧紧。



提示

如干燥瓶盖或滤管拧得不够紧，会使气体流速不精确、不稳定。在螺纹连接处不密封的情况下原则上会出现故障信息“Flow rate error”（流速错误）。

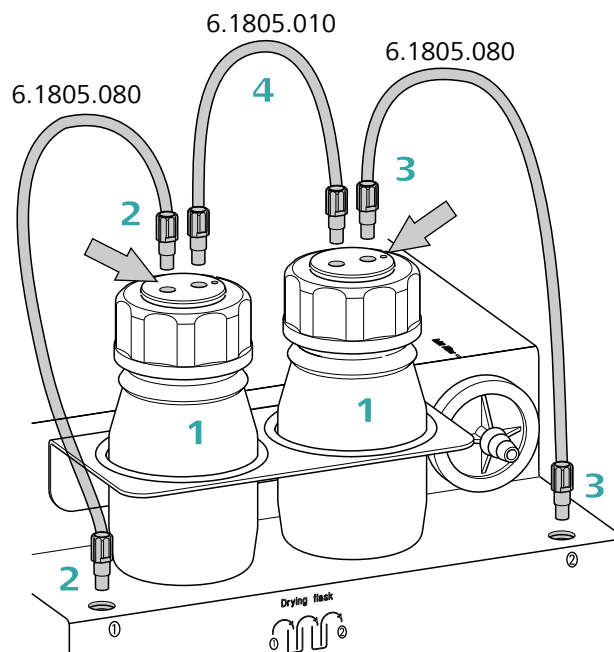


图14 安装管

按照如下方式安装 FEP 管：

- 1 将两个准备好的干燥瓶放在固定架上，见插图。
- 2 将一个（25 cm 长）FEP 管 6.1805.080 拧紧在出气口（前面的，用 1 标注的）上。软管的另一端拧紧在前部、**无**点状标记（见左面的箭头）的干燥瓶的 M6 接口上。
- 3 第二个 FEP 管 6.1805.080（25 cm 长）拧紧在进气口（后面的，用 2 标注的）上。软管的另一端拧紧在后部、**带**有点状标记（参见右面的箭头）的干燥瓶的 M6 接口上。
- 4 将 FEP 管 6.1805.010（13 cm 长）拧紧在干燥瓶剩下的 M6 接口上。

在仪器右侧的 **Drying flask** 显示了管路连接的示意图。



提示

请用手拧紧所有的螺纹接口。

4.9 气体接口/氮气接口的调试

若要使用压缩空气、氮气或其它用来输送排出水份的气体，在仪器的背面有一个专门接口可供使用。

在接口处 **Air/N₂ in** 可用一个 M6 螺纹软管直接连接。仪器附带了用于 M8 螺纹软管的 **M6/M8 软管适配器 6.1808.040**。对于简单的管接口可套上附加的 **M8/管接头 6.1808.050**。

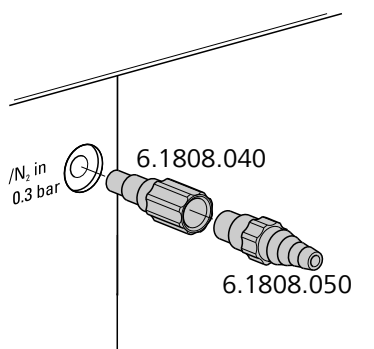


图 15 外部气体连接



警告

如果气体是从压力管或压力容器中输入的，必须在气源上接上减压阀。气压最高允许为 0.3 bar 超压。

4.10 加热管置入 KF 滴定杯

860 KF Thermoprep 可与一个 KF 库伦水分仪或一个容量 KF 滴定仪共同使用。按照相应的 KF 滴定杯来安装不同的加热管管头。

库伦法 KF 滴定杯

- 取下加热管管头的保护膜以及 O 型圈 E.3010.032。
- 将附带的**加热管塞 6.1446.170** 拆成三部份。

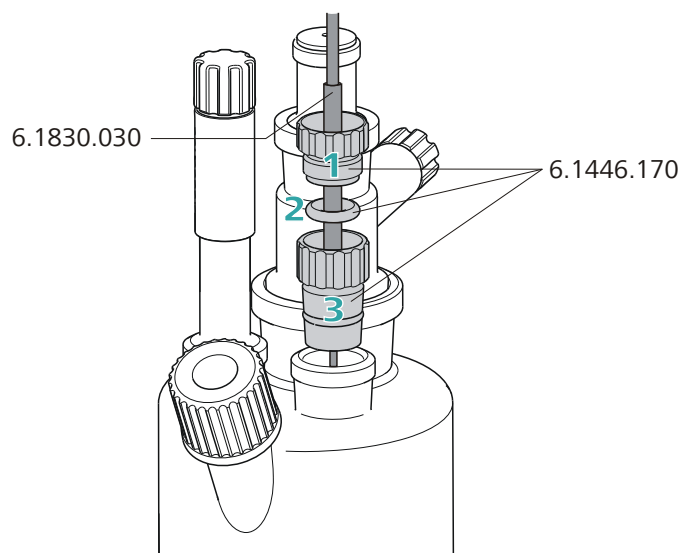


图 16 库仑法 KF 滴定杯

请您按如下方式进行：

- 1 按图示将加热管塞经**加热管 6.1830.030**的管头导入。
- 2 加热管塞的 O 型圈经加热管导入。
- 3 将加热管塞的底部经加热管穿入，并将三个部份（不要过紧）一起拧上。
- 4 将带加热管管头的塞子置入 KF 滴定杯的两个标准磨光开口之一
- 5 将管头垂直推入，使管的排气口尽量深入。但管头不可妨碍在 KF 滴定杯的搅拌棒。之后将加热管塞最终拧紧。

容量法 KF 滴定杯

- 取下加热管管头的保护膜，以及 O 型环 E.3010.032。您还需要后者。
- 每个万通 KF 滴定仪都附带一个**隔塞 6.2730.020**。将隔塞拆成三部份，取下隔垫。不需要它。

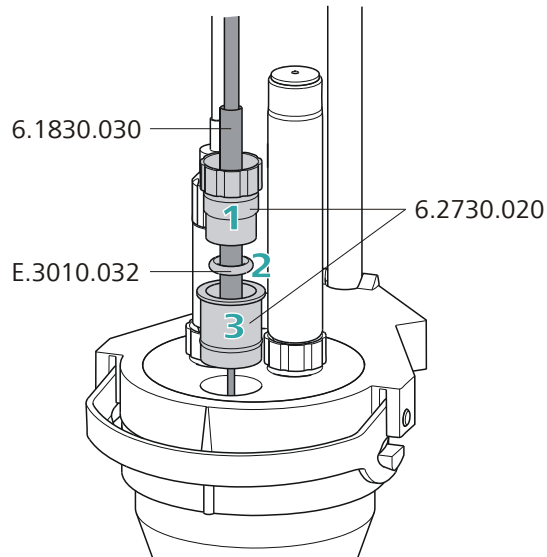


图 17 容量法 KF 滴定杯

请您按如下方式进行：

- 1 如图示，将**加热管 6.1830.030** 的管头穿过隔塞的上部。
- 2 将加热管头穿过 **O 型圈 E.3010.032**。
此 O 型圈也是万通 KF 滴定仪所附带的密封组件 6.1244.040。不能进行单独订购。
- 3 将加热管头穿过隔塞的底部，并将三个部件（不拧紧）拧在一起。
- 4 将带加热管管头的塞子放进 KF 滴定杯前部的开口中
- 5 将加热管管头直推到一个高度，以使管的出气口尽可能地深入。但管头不可妨碍在 KF 滴定杯的搅拌棒。之后将隔塞最终拧紧。

5 操作

5.1 仪器的接通和关断

仪器的背面是用于接通、关闭仪器的拨动开关。

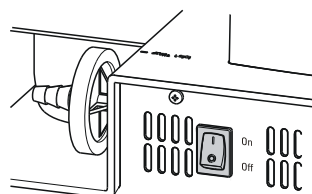


图18 主机电源开关

接通仪器后，炉自动接通，并先加热到上一次所设定的温度。同时，加热管的排气加热器也被接通。

5.2 按键区

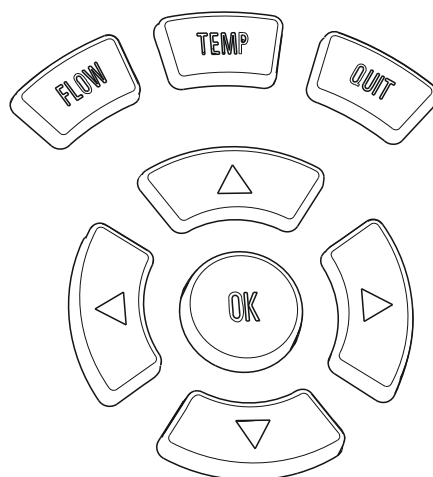


图19 操作单元的键盘

在主对话框中的按键功能

- [FLOW (流量)] 接通或关闭气流。
- [TEMP (温度)] 介于两个目标温度之间的切换。
- [QUIT (退出)] 无功能。
- [OK] 打开参数菜单。

- ◀ 在运行中将气流减少 1mL/min。为此短暂保持按住此键。
- ▶ 在运行中将气流增加 1mL/min。为此短暂保持按住此键。
- ▲ 减弱显示屏的亮度。
- ▼ 增加显示屏的亮度。

5.3 显示屏

5.3.1 显示元件

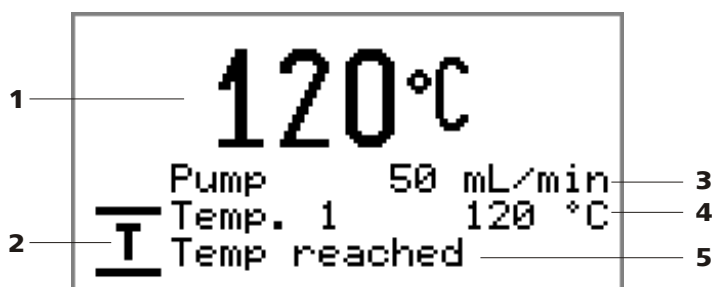






图20 主对话框

1 温度显示 显示测量出的炉温。	2 状态显示符号
3 气流显示 显示设定的气体供应和流速。	4 目标温度 显示已设定的预定值（温度 1 或 温度 2）。
5 状态显示 显示状态和错误信息。	

5.3.2 状态显示

表格 1 状态显示的符号

符号	含义
	炉子将被加热。
	炉子将被冷却。
	已达到预先选定的温度。

符号	含义
	出现错误。错误的类型在状态显示中显示出来。

5.3.3 错误信息

表格 2 错误信息表

错误信息	原因	补救方法
Flow rate error (流速错误)	软管系统不密封或者流速设定得过高。	将所有的软管接头和干燥瓶的螺栓连接拧紧。 检查泵的功能。
	外部供应气体的压力过低或过高。	将外部气体压力调整到 0.1–0.3 bar。
	流量传感器损坏。	告知技术服务人员
Max. temp. reached (达到最高温度)	炉温超过 265°C。温度调节器可能损坏。	立即关闭仪器，让炉冷却。 如果该错误信息在开启仪器后再次出现，请告知技术服务人员。
Adj. data missing (调整的数据丢失)	仪器的调整数据不正确。	必须重新调整仪器。告知技术服务人员。

5.4 数值和设置的改变

仪器的设置可以用两种方式进行更改：

- 从列表中选择给出的数值。带选项列表的参数用冒号 (:) 标明出来。
- 数值的改变。

不同的参数可用箭头按键[▼]和[▲]选择。当前的行分别反转的效果显示出来。

5.4.1 在选项列表中进行选择

使用箭头键[▶]或[◀]改变带选项列表的参数（例如 **Flow source:**）。在选项列表中分别显示出下一个数值。

用[OK]键确认一个改变的数值。

5.4.2 数值的改变

用箭头按键改变参数数值：

- 1 用箭头按键[▶]或[◀]选择数值的一个数字。
选择的数字以白底黑字的形式显示。其它行保留相反效果显示。

Temp. 1 100 °C

- 2 用箭头按键[▲]或[▼]改变数值。
- 3 选择和改变下一数字，等等。

- 4 用[OK]键选择改变的数值。

如果希望重新显示原先数值，按[QUIT]键。

5.5 参数

[OK]

仪器参数可通过菜单来进行设置，操作[OK]键将打开此菜单。操作[QUIT]键离开参数菜单。



提示

更改的数值将在确认[OK]键之后而被接受。用[QUIT]键将不采纳更改值。

温度 1 (Temp. 1)

温度 1 的标准值。

输入范围	50 至 250 °C (递增: 1)
标准值	100 °C

温度 2 (Temp. 2)

温度 2 的标准值。

输入范围	50 至 250 °C (递增: 1)
标准值	100 °C

气流量 (Gas flow)

气流量的标准值。

输入范围	10 至 150 mL/min (递增: 1)
标准值	50 mL/min

气体类型 (Gas type)

气体的选择。

选项	air (空气) nitrogen (氮气) other (其它)
标准值	air (空气)

other (其它)

选择 **other (其它)** 时，必须给出所使用气体的测量因子。测量因子是用来准确地测量流速的。

Meas. factor (测量因子)

测量因子用于测量气体流速。当选择 **other (其它)** 气体时，此设置才可能出现。对于空气和氮气则自动使用相应的测量因子。

只在 'Gas type (气体类型)' = 'other (其它)' 时。

输入范围	0.001 至 2.000 (递增: 0.001)
标准值	1.000

Flow source (气流来源)

供应气体的选择。

选项	pump (泵) valve (阀门)
标准值	pump (泵)

pump (泵)

内置的气泵。

valve (阀门)

惰性气体的进气阀。

5.6 配置

[TEMP (温度)]

可以在设置菜单中进行仪器的基本设置。可以在开机过程中按住按键 [TEMP] 调出基本设置。退出菜单时，按下按键 [QUIT]。



提示

设置菜单也可在激活锁定键盘时调用。

Lock keys (锁定键)

按键锁定。按键 [OK]、[◀] 和 [▶] 可以锁定。从而可以防止在参数菜单中进行改动，或者在测定过程中改动气体流速。如果这个功能已经启动 (on)，则只能在温度 1 和温度 2 之间来回切换，以及接通或者关闭气流。此外，还可以改动显示屏的亮度。



选项	关 (off) 开 (on)
标准值	关 (off)

温度校正

温度校正。可通过此校正值来影响炉温调节器的标准值。这样可以在需要时平衡炉模块和容器中样品的温差。

输入范围	-10 至 10 °C (递增: 1)
标准值	0 °C

可使用一个特殊炉芯测定必要的温度校正值，此过程应由服务技术人员进行。请和相关的万通供货商联系。

6 进行测定

在进行一次测定之前，按照加热法的水份测定，要求预滴定整个管路系统和 KF 滴定杯。因为样品瓶和样品垫盖会含有少量水份，则必须对密封、空容器进行三至五次空白值测量。

将固体或液体样品在样品瓶中称重并封紧。我们建议使用带垫塞 6.1448.057 的样品瓶 6.2419.007。铝套上的橡皮垫能够抗高达 250 °C 的高温，并且能保持完好无损。

6.1 平衡系统

整个系统在使用前必须先进行预滴定，就是说，必须绝对干燥。而且炉必须加热到所需的工作温度。为将整个管路系统用载气吹干，必须将针插入到封闭的样品容器（平衡容器）中。所以将加热管和供应气体连接起来。

6.1.1 准备 KF 滴定杯

填充 KF 滴定杯

KF 滴定杯在不使用的情况下，应用进行预滴定过的工作介质填满。即使在加热中，样品并没接触到工作介质，仍必须时常更换工作介质。

这样准备 KF 滴定杯：

- 1 将 KF 滴定杯用工作介质填满。我们建议，在使用 KF 库仑法的情况下，用大约 150 mL 工作介质；在使用 KF 容量法的情况下，用大约 35 mL 的工作介质。加热管筒不应浸入。
- 2 加热管管头对准杯壁调整好。
- 3 接通搅拌器。将搅拌器速度调高。
气泡混合到工作介质中，并有力地搅动，这样是有好处的。在 KF 滴定杯中的空气也应该是被干燥过的。

预滴定工作介质

- 1 在卡尔·费休水分测定仪上调用一种预滴定方法，并操作[Start]键启动预滴定功能。
必要的设定请参见卡尔·费休水分测定仪使用手册。

**提示**

对于用加热方法进行测定来说，将**萃取时间**设为至少**300秒**，是绝对必要的。

6.1.2 860 KF Thermoprep 准备**接通 860 KF Thermoprep 并选择温度**

860 KF Thermoprep 上必要的设置:

- 1 接通仪器。
- 2 用[TEMP]键选择预设的温度。
如果想改变**温度 1** 或**温度 2**，则按[OK]键。

平衡容器的放入

- 1 将一个带盖垫的空样品容器封紧。为此使用封口钳。
- 2 将样品容器放置在炉中。

**提示**

注意！炉子很热。使用封口钳放置样品容器。

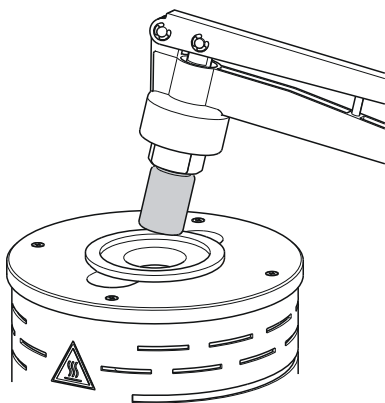


图21 样品容器放进炉内

针头的插入

- 1 两手抓住导向头，并按固定销。

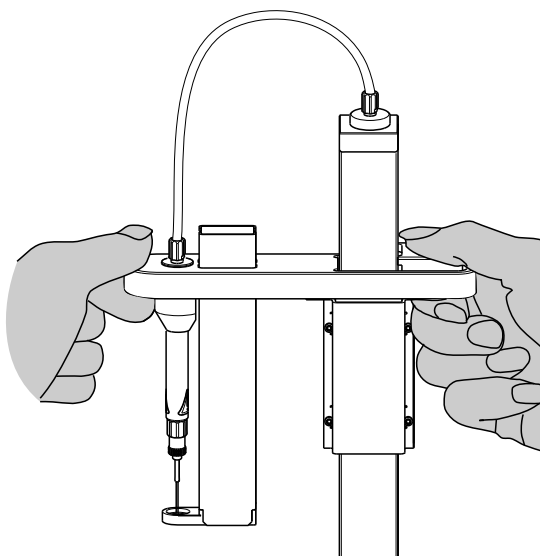


图 22 将导向头向下移动。

- 2 将导向头向下移动，并将针头插入到样品容器中。

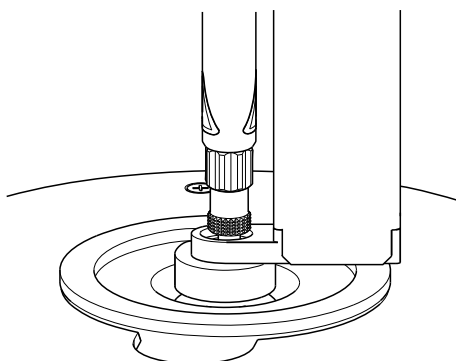


图 23 针头的插入

接通气流

- 1 按[OK]键，并设置流速（**Gas flow（气流）**），比如 50 mL/min.。为此使用箭头按键[▶]或[◀]以选择小数位，之后用[▲]或[▼]改变数值。
- 2 用[OK]键确认输入，并选择 **Flow source（气源）** 选择。

- 3 用箭头按键选择[▶]或[◀] pump (泵) 或 valve (阀门) (若使用外部载气), 并用[OK]键确认。
- 4 用[QUIT]键关闭参数菜单窗口。
- 5 按[FLOW]键。
气流已接通。流速逐渐提升。



提示

载气应在加热管管头以细小的气泡形式溢出至工作介质中, 并被用力搅动。必要时调整搅拌器的速度。管头应浸入到 KF 滴定杯底部, 并顶着杯壁转动。

让系统进行预滴定几分钟, 并时常地摆动 KF 滴定杯, 以去除最后的一点水份。检查一下炉温, 看看是否达到了设定的炉温。



提示

在卡尔·费休水分测定仪上的信号漂移应在 20 $\mu\text{g}/\text{min}$ (或 $\mu\text{L}/\text{min}$) 以下, 并且保持稳定至少 2 分钟, 才能开始进行空白值测量。

6.2 测定空白值

因为在样品容器的表面和容器中可能含有被封进去的空气和水份, 所以进行三至五次空白值测量是不可避免的。为此每次测定均用一个空的密封样品容器进行。以样品容器排出的水量为计算结果。在空白值测量的时候, 必须与样品测量一样, 使用同一的滴定参数。请选择相对停止漂移值 5 $\mu\text{g}/\text{min}$ (或 $\mu\text{L}/\text{min}$) 作为停止标准。

准备空白样品

系统应已经预滴定好。在炉中已有一个平衡容器, 且针头以已插入其中。

- 1 用封口钳密封三至五个样品容器。
- 2 检查一下, 炉温和气流是否符合设定的数值。
- 3 直等到在 KF 滴定管中的工作介质进行预滴定后, 且信号漂移稳定以后。

开始空白值测量

- 1 操作在卡尔·费休水分测定仪上的[Start (启动)]键开始测试。
- 2 用两手向上移动 860 KF Thermoprep 导向头。同时按固定销。
注意页 28ff 的图示。
- 3 用封口钳将平衡容器从炉中取出。



提示

注意! 容器很烫。

- 4 同样用封口钳将空白样品放进炉中。
- 5 用两手向下移动导向头，并将针头插入空白样品中。

等待测定

- 1 等待测定结束。之后将自动重新开始预滴定。
- 2 用下一空白样品重新开始空白值测量。

6.3 样品测定

在测定一个样品时，计算样品消耗体积时要扣除空白值。

准备卡尔·费休水分测定仪

- 1 载入一个合适的方法。
- 2 用[Start (启动)]键启动预滴定。

准备样品

- 1 将样品放入样品容器称重，并用封口钳密封。

- 2 检查一下，炉温和气流是否符合设定的数值。
- 3 直等到在 KF 滴定管中的工作介质进行预滴定后，且信号漂移稳定以后。

启动样品测定

- 1 操作在卡尔·费休水分测定仪上的[Start (启动)]键开始测试。
- 2 用两手向上移动 860 KF Thermoprep 导向头。同时按固定销。注意页 28ff 的图示。
- 3 用封口钳将空白样品从炉中取出。



提示

注意! 容器很烫。

- 4 同样用封口钳将样品容器放入炉中。
- 5 用两手向下移动导向头，并将针头插入样品容器中。

等待测定

- 1 等待测定结束。之后将自动重新开始预滴定。
- 2 用下一样品重新测定。

7 运行和保养

7.1 常规说明

860 KF Thermoprep 需要进行适度护理。仪器过度污染会引发功能故障，并缩短机电机构的使用寿命。

仪器过脏会影响测量结果。定期清洁暴露部件可防止过度脏污。

溢出的试剂（化学品）和溶剂必须马上清除。最重要的是电源插头不受污染。

7.2 护理

- 及时更换用旧的分子筛。卡尔·费休池中一旦发生漂移值升高的现象时，就该更换分子筛了。
- 请定期检查所有管路连接的密封性。
- 时常冲洗各管路连接。然后仔细地将其晾干。经过长时间使用后，必须更换管路。
- 滤尘器每年更换。
- 定期清洁样品衬芯。



警告

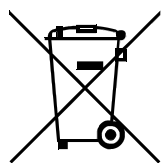
只能在电源关断电源、并且冷却后，方可清洁炉子。

8 排除故障

8.1 故障及故障的排除

问题	原因	补救方法
预滴定过程中的漂移非常高。	干燥瓶和/或滴定杯的分子筛已失效	更换分子筛。
	滴定杯密封不严	检查是否密封。必要时更换。
滴定时间过长。	样品不均一	将样品在称重前捣碎。
	没有将所有的水份排出	在卡尔·费休水分测定仪上选择更严格地关断标准：更低的停止漂移值，更长的关闭延迟时间。
	管路连接泄露	检查管路，必要时更换。
结果过于分散。	干燥瓶的分子筛已失效	更换分子筛。
	加热管中出现冷凝现象	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 晾干管路。 ▪ 减少气流。 ▪ 必要时降低炉温。
	气流量太高	减少气流。
	样品不均一	将样品在称重前捣碎。
选择的气流没有流出。	系统不密封	检查管路连接和干燥瓶的密封性。
	外部供应气体压力过低或过高	改变气压（最大 0.3 bar）。
	泵损坏	和维护技术人员联系。

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 附录

10.1 实用的提示

运载气体的选择

若热的样品对空气或确切地说对氧气敏感（分解）、并分解出物质，因而影响 KF 反应时，就应该使用氮气（N₂）作为运载气体。

温度调整

选择样品允许的最高温度（高温 = 短暂的分析时间）。但样品不可分解。只允许分解出水，不能有氧化物物质。

显示的温度和加热块中的温度有关，与样品的温度无关。根据使用不同的瓶子大小、气流和温度设定，显示的样品有效温度偏差可能达到 10%。

气流

若针头伸到样品容器的尽头时，气流就流经样品，然后流至排出针进入到滴定管中，该处对水份进行滴定。若针头不允许浸到样品中时，可使用较长的针架。

应将气流尽量调小。特别对非常潮湿的样品要注意，不能太快太多地将水量引入滴定管中。此外，在加热管中还有可能形成冷凝。在滴定池中的工作介质必须能马上将排出的水份吸收。一般情况下，最理想的流速为 40 至 60 mL/min。

在进行气体流量测量时，允差由于系统的原因比较大：取决于压力、温度、测量系统和气体本身，最多可能偏差 20%。

气体流量测量使用空气进行校准，使用其他气体时或多或少与这个数字有偏差。

必要时，可以用一个流速测量仪在当地压力以及当前温度下检查气体的流速。利用参数 **Meas. factor** 可以输入一个单独的测量因子，从而可以显示经过校正的气体流速。但是，必须同时在参数 **Gas type** 下选择数值 **other**。

萃取时间

在滴定仪上应该设定萃取时间最少为 5 min，以防止样品还未排出水份之前，滴定就中断了。

平衡系统

在测定前，系统应用一个空的、密封的样品瓶（平衡小管）进行平衡。

10.2 参考文献

- E. Scholz, *Hydranal®-Manual* (Hydranal 实际应用), Riedel-de Haën
- P. Bruttel, R. Schlink, *Water determination by Karl Fischer Titration* (通过卡尔·费休滴定法进行水份测定, 专著, 万通), 2006, 订购号 8.026.5011

11 技术数据

11.1 炉

温度范围	50–250 °C
精确度	±3 °C
校正范围	-10–+10 °C
热功效	165 W 典型 取决于电源电压
加热速度	典型 15 °C/min (针对 80–180 °C, 230 V) 取决于温度、电源电压、样品数量和容器尺寸
冷却速度	典型 9 °C/min (在 180–80 °C 范围内) 取决于温度、样品数量和容器尺寸

11.2 气体流速

流量范围	10–150 mL/min 在正常条件下用空气校准，即大约 +25 °C 和 1013 mbar 时。 每个时间单位的气体偏差可能达到 ±20%。
------	---

11.3 排气加热器

插头接口	$U = 16 \pm 1 \text{ V}$ $I \leq 0.8 \text{ A}$
典型的管路温度	大约 50 °C

11.4 环境条件

标称作用范围	+5–+45 °C，空气湿度最大为 80%，非冷凝
储存	+5–+45 °C
使用高度 / 压力范围	最大海拔 2000 米 / 最小 700 mbar
污染程度	2

11.5 能源供应

额定电压范围	100–120 / 220–240 V (±10%)
额定频率	50 / 60 Hz
功率消耗	200 W
保险装置	2 ATH
过电压类	II

11.6 参照情况

环境温度	25 °C (±3 °C)
相对空气湿度	≤ 60%
电源电压	230 V

11.7 规格

宽度	0.44 m
高度	0.18 m (无支架杆) 0.50 m (带支架杆)
深度	0.23 m
重量 (不含附件)	8.17 kg
材料	
外壳	盖和底: 钢板, 烤漆
炉盖	PTFE
操作单元	聚碳酸酯 / 丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物) (PC/ABS) (塑料合金)

