

870 KF Titrino plus

安装及操作教程



Metrohm AG
CH-9101 Herisau
Switzerland
Phone +41 71 353 85 85
Fax +41 71 353 89 01
info@metrohm.com
www.metrohm.com

870 KF Titrino plus

安装及操作教程

Teachware
Metrohm AG
CH-9101 Herisau
teachware@metrohm.com

本文献受版权保护，本公司保留所有权利。

在编制本文献时，本公司尽力做到细致周全。但仍不能完全排除出现错误的可能。有关的提示及建议请您与上述地址联系。

目录

1	引言	1
1.1	操作教程结构	1
1.2	其他信息	1
1.3	惯用图例	1
2	安装	2
2.1	将设备搭建并连接	2
2.2	设置 KF 滴定杯	6
2.3	设置废液瓶和溶剂瓶	10
2.4	连接泵	14
2.5	安装软管及滴定头	15
3	操作教程	19
3.1	设备的接通和关闭	19
3.2	添加并配置溶液	20
3.3	计量管单元准备	24
3.4	创建滴定度测定方法	25
3.5	进行滴定度测定	30
3.6	建立滴定方法	34
3.7	测定一个样品中的水份含量	38

1 引言

1.1 操作教程结构

该操作教程描述 870 KF Titrino plus 的安装及首次应用。通过一次使用标准水样进行的滴定度的测定、及随后进行的一个样品的水份测定，将向您介绍最重要的操作步骤。

1.2 其他信息

卡尔·费休滴定法（Karl Fischer-Titration）的一般性信息，您可在万通光碟找到关于卡尔·费休滴定法的信息。关于 870 KF Titrino plus 的其他信息，您可在手册中找到。

1.3 惯用图例

以下文献中使用下列代表符号及格式：

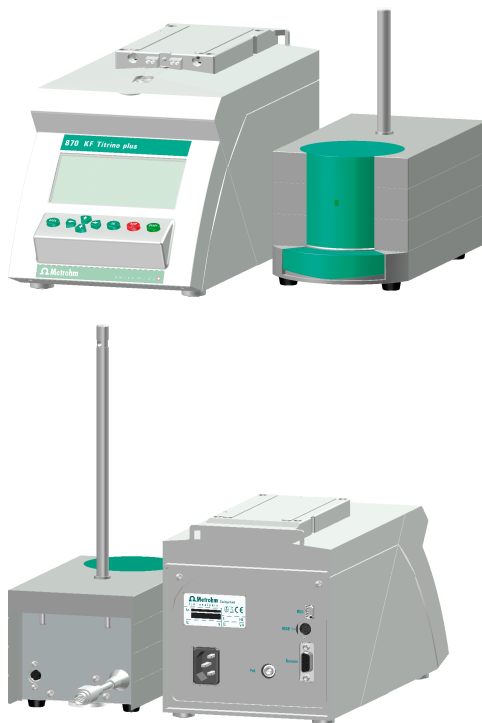
	指导步骤 请您按顺序依次执行这些步骤。
方法	对话文本 ，软件中的 参数
文件 ▶ 新	菜单或菜单项
[继续]	按键或键
	提示 该符号标明附加信息及建议。



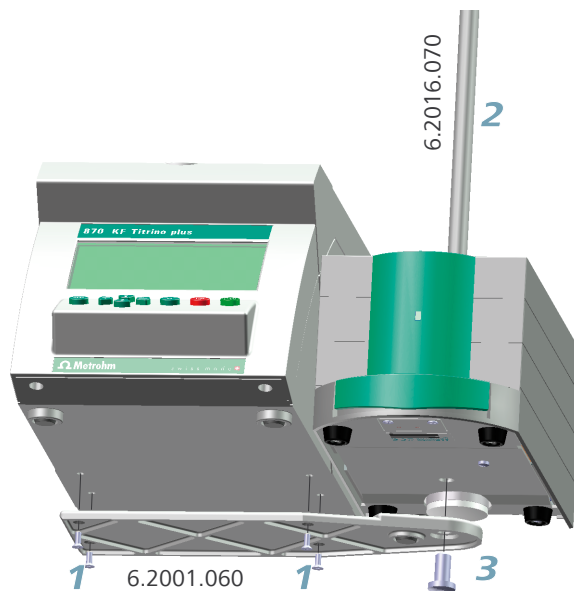
2 安装

2.1 将设备搭建并连接

870 KF Titrino plus 及 803 滴定台



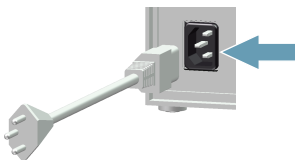
安装滴定台



- 1 用随机所带的四个螺栓将支架板 6.2001.060 拧紧到设备底部。
- 2 从上方将支架杆 6.2016.070 插入滴定台，并向下推到底。
- 3 用内六角螺栓（附带有内六角扳手）将支架板拧紧到滴定台上，同时将支架杆固定。



插入电缆



警告

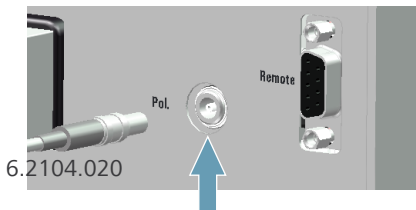
注意电源电压

将滴定台连接在 MSB1 上



注意插口上的标记。

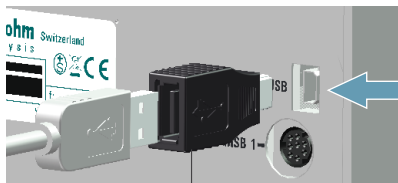
连接电极电缆



电极线缆 6.2104.020 装配有一个“防拉保险”，可用来防止线缆被无意中拔出。如果您需要再次拔出插头，则必须直接拉外面的插头套。

连接打印机或其它 USB 设备

带有 USB 接口的设备或储存器等，则可通过随机所带的适配器 6.2151.100 进行连接。



6.2151.100

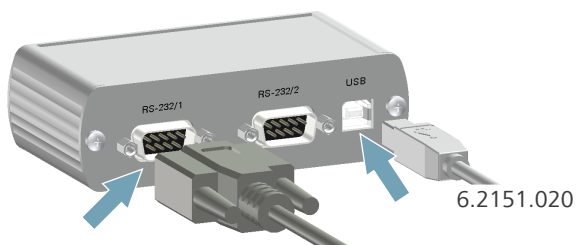
可在适配器上直接连接一台打印机（带有连接线缆 6.2151.020）、一个 USB 键盘或一个 USB 数据存储设备（用于存储方法等的 U 盘）。

如需连接多个设备，则推荐使用一个 USB 集线器（可在专业商店内购得），并将其连接在适配器 6.2151.100 上。USB 集线器可用作分配器，它上面又可安装多个 USB 设备。

还可使用线缆 6.2151.120 作为备选项，用它可将一个打印机、一个 USB 集线器或一个 RS-232/USB-Box（参见下一章节）直接连接（无需适配器）在 870 KF Titrino plus 上。

连接天平

天平一般具有一个串行 RS-232 接口。您需要一个 RS-232/USB-Box 6.2148.030 来连接天平。



6.2151.020



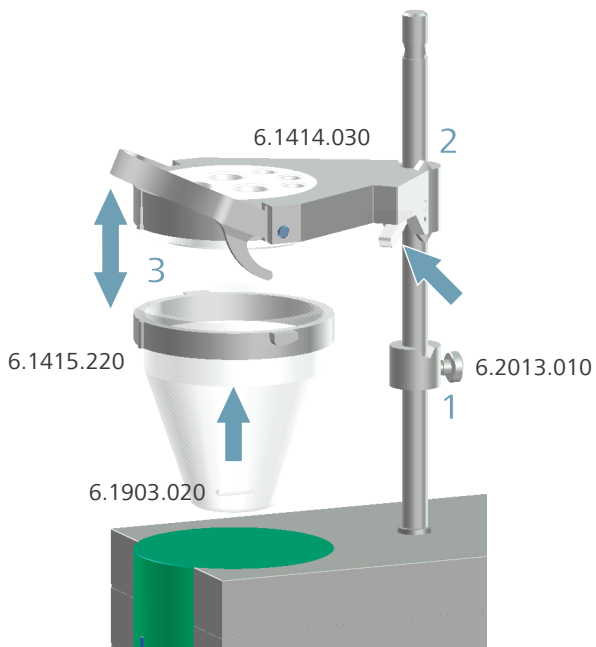
使用一条 USB 线缆 6.2151.020，可将 RS-232/USB-Box 6.2148.030 通过一个 USB 集线器或一个适配器 6.2151.100（参见上一章节）连接在 870 KF Titrino plus 上。

在接口 **RS-232/1** 上，请您插上相应的天平连接线的 9 针插头。为选用正确的连接线缆，您可查阅天平的操作说明或 870 KF Titrino plus 的使用手册。

设备的 RS-232 接口参数必须与天平的参数一致。为此，请您查阅天平的操作说明及 870 KF Titrino plus 的使用手册。

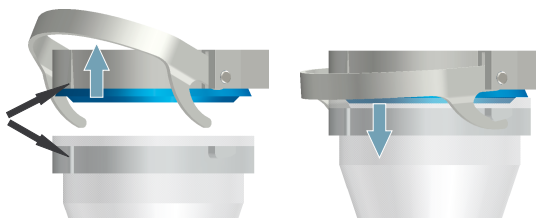
2.2 设置 KF 滴定杯

安装 KF 滴定杯



请您按如下方式安装 KF 滴定杯：

- 1 将调整环 6.2013.010 拧紧在支架杆上。
- 2 将 KF 滴定杯的杯盖 6.1414.030 固定在支架杆上。在此过程中，按住制动销，并在所需的位置将其放开。
- 3 滴定杯 6.1415.220（或 6.1415.250）附带一个搅拌子 6.1903.020（或 6.1903.030），该搅拌子可由杯盖放入。将固定夹向上翻起，确保滴定杯盖上的定位标记与滴定杯塑料固定环上的标记相吻合。然后，将固定夹向下按。固定夹的固定销必须抓住滴定杯塑料固定环的凸轮，以确保将滴定杯固定。

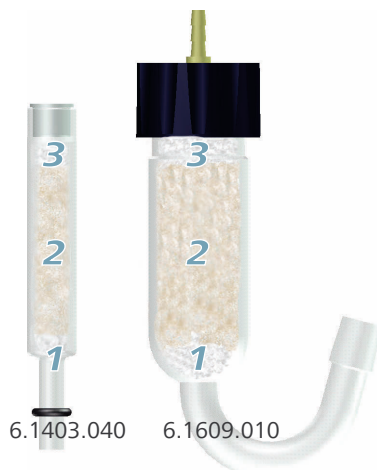


- 4 通过按下制动销来调整 KF 滴定杯的高度。滴定杯应该能几乎碰到搅拌台的表面。调整滴定杆上的固定环，可将滴定杯固定在该位置。

如正确设定了 KF 滴定杯的高度，则现在可通过按下止动杆在需要时提起整个滴定杯，并可转动整个滴定杯。

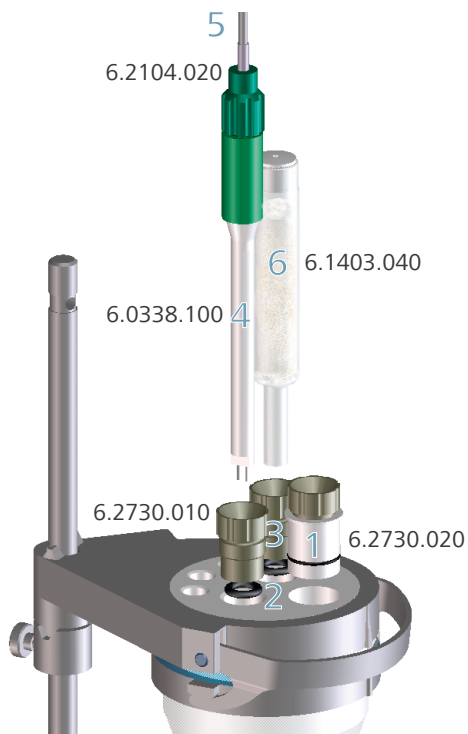
装满干燥管和吸附管

安装前，必须将干燥管 6.1403.040 及吸附管 6.1609.010 用分子筛 6.2811.000 装满。请您按如下方式进行：



- 1 将一块小药棉塞放到干燥管或吸附管的下方。请勿将药棉塞得太紧。
- 2 请将分子筛装至干燥管或吸附管高度的 $\frac{3}{4}$ 处。
- 3 将一块小药棉放到分子筛上。请勿将药棉塞得太紧。
- 4 用所属的盖子封闭干燥管或吸附管。

装备 KF 滴定杯



现在，您可按如下方式安装 KF 滴定杯：

- 1 将进样塞 6.2730.020（带硅胶垫）插入滴定杯盖最前面的开口内。
- 2 将电极和干燥管上的 O 型圈放入杯盖中间的开口内。
- 3 将两个螺旋接头 6.2730.010 与 O 型圈一起拧入开口内。但请勿拧得太紧。



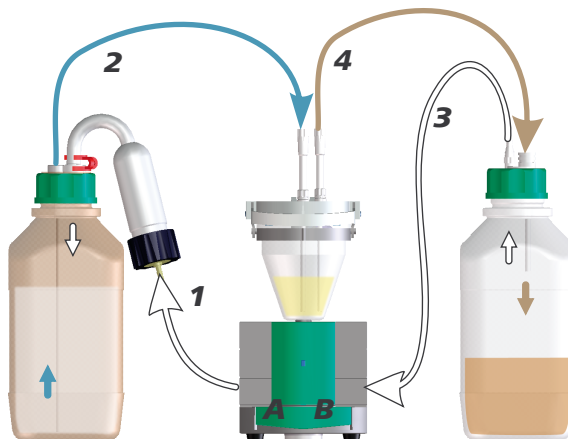
- 4 将双铂丝电极 6.0338.100 插入左侧开口内，然后再拧紧螺旋接头。
- 5 将电极线缆 6.2104.020 拧紧在电极上。
- 6 将已装满的干燥管 6.1403.040 插入电极右侧的开口内，然后拧紧螺旋接头。

2.3 设置废液瓶和溶剂瓶

803 滴定台的作用方式

使用 803 滴定台时，一方面可轻按下左侧按钮即可添加新的溶剂（干燥的甲醇或一种特殊的 KF 溶剂）。另一方面，还可在需要时，同样通过按下右侧按钮即可抽出 KF 滴定杯中的液体。能正常操作前提是，保证所有管路均已正确安装，且所有的接口都已拧紧。

下列示意图是 803 滴定台的操作原理。

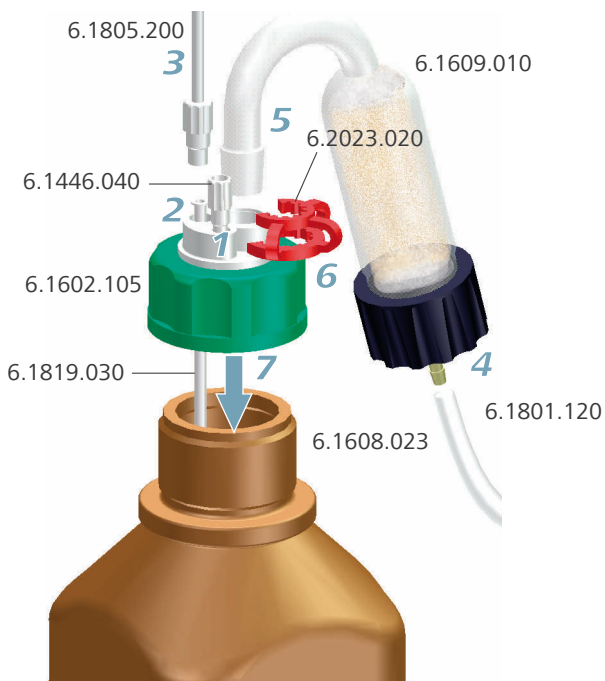


1. 只要您按下左侧按键 **A**，就会向溶剂瓶（左侧）中泵送空气。
2. 溶剂瓶中的气压差将新的溶剂压入 KF 滴定杯。
3. 只要您按下右侧按键 **B**，则会从抽吸瓶（右侧）中抽出空气。
4. 废液瓶中的负压可将液体从 KF 滴定杯中吸到抽吸瓶中。

安装溶液瓶

借助气压差将甲醇或 KF 溶剂从储备瓶泵送到 KF 滴定杯中。因此，必须密封所有瓶盖接口。

对于螺纹不是 GL 45 的瓶子，万通也提供合适的螺纹适配器。





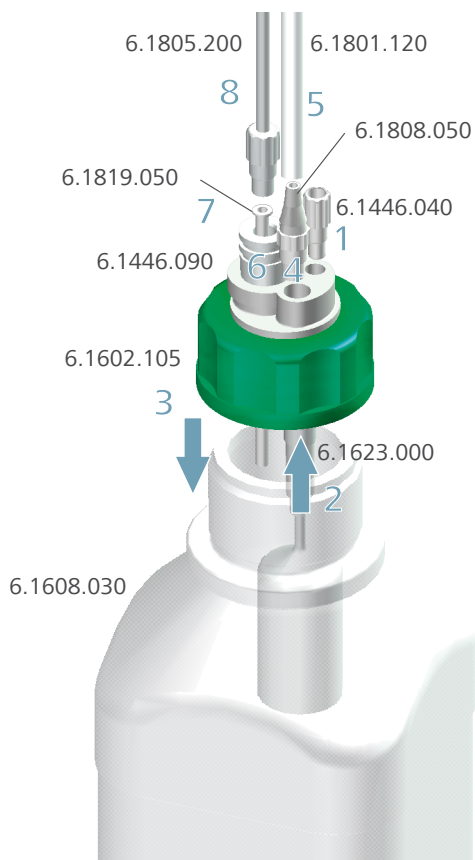
为装备溶剂瓶，请您逐步进行：

- 1** 将一个螺纹塞 6.1446.040 置入瓶盖 6.1602.105 上的 M6 接口（最小的开口）内并拧紧。
- 2** 将长 PTFE 插管 6.1819.030 插入瓶盖上的 M8 接口（第二小的开口）内。
- 3** 将一条 PTFE 软管 6.1805.200 插入瓶盖上的 M8 接口内并拧紧。
- 4** 将一条 PVC 软管 6.1801.120 连接到装有分子筛的吸附管 6.1609.010 上。
- 5** 通过 NS 14 标准磨口将吸附管置于瓶盖上。
- 6** 用磨口夹 6.2023.020 固定吸附管的 NS 14 标准磨口。
- 7** 将装备完全的瓶盖 6.1602.105 放到装满溶剂/甲醇的棕色玻璃瓶 6.1608.023 或您的化学品供应商的试剂瓶上，并将其拧紧。

安装废液瓶

抽吸瓶作为废液容器使用，且必须密封。

对于螺纹不是 GL 45 的瓶子，万通也提供合适的螺纹适配器。



为安装废液瓶，请您按如下步骤进行：

- 1** 将一个螺纹塞 6.1446.040 置入瓶盖 6.1602.105 上的 M6 接口（最小的开口）内并拧紧。
- 2** 将防溢流装置 6.1623.000 从下方导入瓶盖上的 M8 接口（第二小的开口）内。

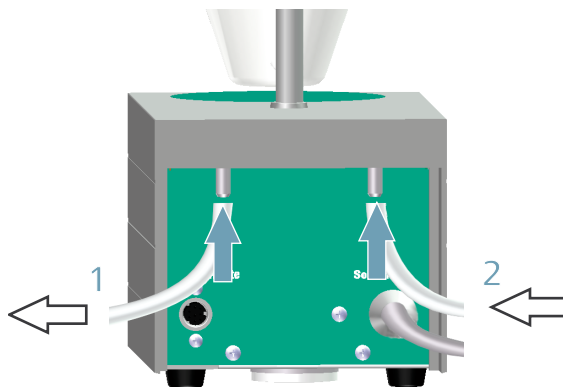


- 3 将瓶盖放到透明玻璃瓶 6.1608.030（或另外一个带 GL 45 螺纹的瓶子）上，并拧紧。
- 4 将管接头 6.1808.050 置入瓶盖的 M8 接口内，并拧紧。
- 5 将 PVC 管 6.1801.120 插到管接头上。
- 6 将塞子 6.1446.090 塞入瓶盖上余下的开口内。
- 7 将短 PTFE 插管 6.1819.050 插入塞子 6.1446.6090 的开口内。
- 8 将一条 PTFE 管 6.1805.200 插入塞子的 M8 接口内，并拧紧。

2.4 连接泵

将软管连接到泵上

803 滴定台的泵接口在设备背面。

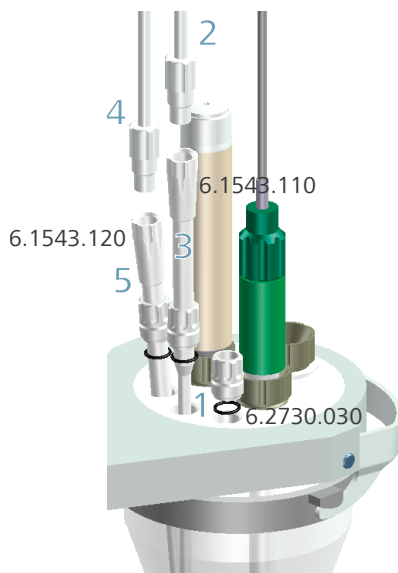


请您注意，将软管正确连接在泵上。请您按如下方式进行：

- 1 将抽吸瓶（透明玻璃瓶）上的 PTFE 管固定在**废液**接口（左侧接口）上。
- 2 将溶剂瓶（带干燥管的棕色玻璃瓶）上的 PTFE 管固定在**溶剂**接口（右侧接口）上。

2.5 安装软管及滴定头

安装抽液管及配液器滴定头



- 1 将三个塞子 6.2730.030（包括 O 型圈，但不包括接管）置入杯盖后面的开口内。



2 将配液器滴定头 6.1543.110 拧到溶剂瓶（透明玻璃瓶）的 M8-PTFE 管上。

3 将配液器滴定头穿过塞子，并放到杯盖的右后侧开口内。

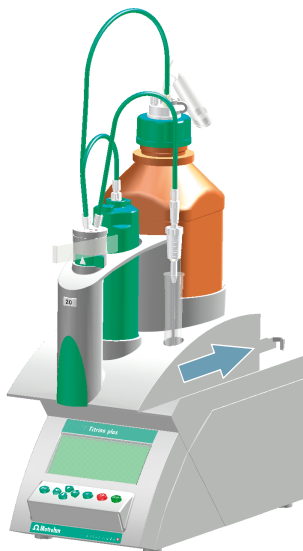
4 将抽液管 6.1543.120 接到废液瓶（棕色玻璃瓶）的 M8-PTFE 管上。

5 将抽液管穿过塞子，并放到杯盖的中后侧开口内。

抽液管末端必须触及容器底部，但不能妨碍搅拌子的运动。

作为抽液管 6.1543.120 的替代物，也可使用带 M10 螺旋接头的抽液管 6.1821.070。

放上交换单元

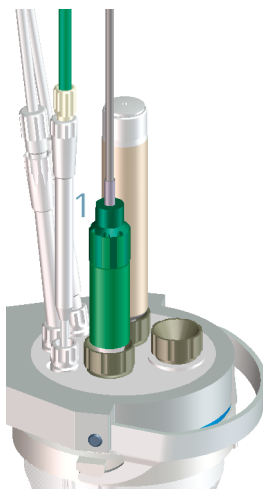


- 1 从前方将交换单元放到 870 KF Titrino plus 上，并向后推到底。

您必须要听到交换单元卡入的声音。



置入滴定头



- 1 将交换单元的滴定头置入 KF 上部部件后方尚余的开口内。

滴定头末端应稍微高过搅拌子，但不能妨碍搅拌子的运动。

3 操作教程

3.1 设备的接通和关闭

接通设备

为此，您可按如下方式进行：



1. 按下红色按钮[停止] (stop)。
一旦识别到交换单元，就会出现如下信息：

```
New buret unit      005-109
! You must configure the new
! buret unit before you use
! it.
OK
```

- 通过[OK]确认该信息。
出现执行**准备 (PREP)** 功能的要求：

```
Prepare buret unit  005-117
! Execute a PREP function.
! You find it under
! "Manual control/Dosing".
OK
```

通过**准备 (PREP)** 功能，可对管路及计量器进行冲洗。在 3.324 页中对计量管的准备进行了说明。但在此操作之前，必须先对计量管单元进行配置（见章节 3.2，第 20 页）。

- 通过[OK]确认信息。

将显示主对话框。



```
>Menu ready
Method      KFT Ipol-Blank
ID1
ID2
Sample size      1.0
Sample unit      g
```

关闭设备

为此，您可按如下方式进行：

1. 按住红色按钮**[停止]**（stop）。
将显示一个进程条。如果在该段时间内放开按钮，则设备不会关闭。
 - 按下**[停止]**（stop）按钮不放，直到进程条结束。

3.2 添加并配置溶液



提示

以下做出的说明，适用于已放上计量管单元的情况。

您可在**系统** ▶ **溶液**下对溶液进行配置。

为此，您可按如下方式进行：

1 打开溶液列表

- 在主对话框中，通过箭头键[↑]或[↓]选择菜单（Menu），并通过[OK]进行确认。

将打开主菜单（Menu）：

```
Menu ready
>Manual control
>Results
>Parameters
>System
>Print reports
```

- 通过箭头键[↓]选择菜单项系统，并通过[OK]进行确认。通过箭头键↓选择菜单项系统，并通过 OK 进行确认。

将打开系统对话框：

```
System ready
>Settings
>Solutions
>Files
>Devices
>Diagnosis
```

- 选择菜单（Menu）项溶液，并通过[OK]进行确认。

将显示需配置的溶液列表：

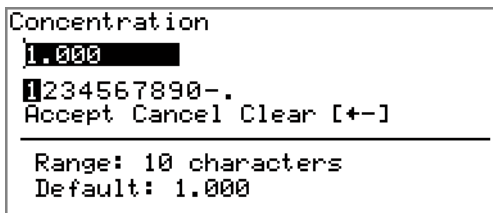
```
Solution list ready
not defined *IEU
EU
```

```
Edit New Delete
```

新的溶液将被登记到列表中，但它还没有名称。右侧的星号（*）表示已放上滴管单元。IEU 标记是交换单元

3 定义浓度及单位

- 选择参数**浓度**（Concentration），并通过[OK]打开编辑对话框。



- 输入滴定剂的理论浓度，并通过**接受**（Accept）或**[返回]**（BACK）应用。
这里的输入方式与文本编辑器相同。
- 选择参数**浓度单位**，并通过[OK]打开可用单位的列表。
- 选择单位 **mg/mL**，并通过[OK]采用。

4 切换到主对话框



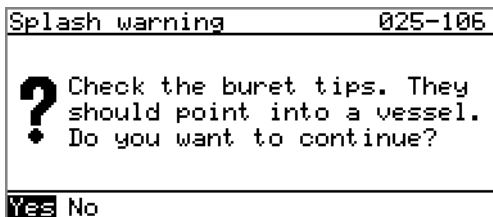
提示

通过按下**[返回]**（BACK），您可返回上一级对话框。

- 通过多次按下**[返回]**（BACK），可切换到主对话框。

- 在功能栏中通过箭头键[←]或[→]选择**准备 (PREP)** 功能，并通过[OK]进行确认。

将显示下列信息：



- 选择**是 (Yes)**，并通过[OK]确认信息。

使用设定的参数执行准备过程（参见手册）。

3.4 创建滴定度测定方法

以下对您如何创建滴定度测定方法进行了说明。870 KF Titrino plus 中包含有除少数参数外已配置好的方法模板。以下对您如何创建滴定度测定方法进行了说明。中包含有除少数参数外已配置好的方法模板。

应通过五次测定标准水样得出试剂的滴定度。如果您已连接了一个打印机，则应在测定结束时自动打印出一份含有结果及曲线的报告。

为此，您可按如下方式进行：

1 载入方法样本



- 选择菜单项**滴定参数 (Titration Parameters)**，并通过[OK]进行确认。

```

Titration parameters      ready
Solution                  not defined
I(pol)                   50 µA
Electrode test           off
Stirrer                  on
Stirring rate            8
Temperature              25.0 °C
Extraction time         0 s
  
```

- 选择参数**溶液 (Solution)**，并通过[OK]进行确认。
将显示需进行配置的溶液列表：

```

Solution
not defined
Titrant 5
  
```

- 选择新配置的溶液，并通过[OK]采用。

3 调整计算

- 通过[返回] (BACK) 切换到参数对话框。
- 选择菜单项**计算 (Calculation)**，并通过[OK]打开相应的对话框。

```

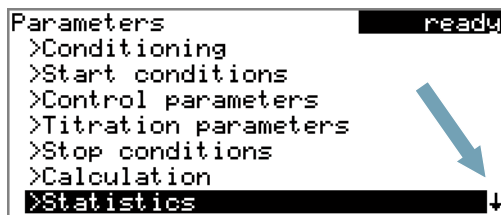
Calculation              ready
(C00*FCT)/EP1
Factor (FCT)            1.0
Decimal places          4
Result unit              mg/mL
  
```

每个方法模板的计算公式是固定且无法更改的。

- 选择参数**因数 (FCT)**，并通过[OK]打开编辑对话框。
- 以 mg/g 为单位输入所使用的标准水样中的水份含量（参见标准水样证书）。
- 通过**接受 (Accept)** 或[返回] (BACK) 采用该值。

5 定义报告

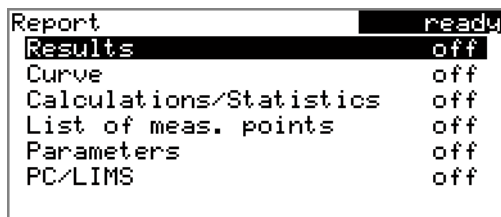
- 通过[返回] (BACK) 切换到参数对话框。



画框右下角的箭头表明，该对话框还包含其他菜单项。可按习惯通过箭头键[↓]进行选择。

- 通过箭头键[↓]选择菜单项**报告 (Report)**，并通过[OK]打开相应对话框。

将显示可用报告列表：



- 选择参数**结果 (Result)**，并通过[OK]进行确认。
- 选择**打开**，并通过[OK]进行确认。
- 选择参数**曲线 (Curve)**，并通过[OK]进行确认。
- 选择**打开**，并通过[OK]进行确认。

6 储存方法

- 将自动储存更改了的参数。无需用其本身的名称储存方法。

7 切换到主对话框

- 通过多次按下[返回] (BACK)，可切换到主对话框。


```

Titer Ipol          cond.ok
Conditioning OK
↔Drift              0.5 µL/min
Stirrer

```

2 注入标准水样



提示

您可这样计算标准水样的量，使滴定剂消耗体积为计量管体积的 10…90 %。

- 按下**[开始]** (START)。
将停止预滴定过程。添加标准水样的要求将显示 8 秒钟。
在此时间内，应加入标准水样 (Add sample)。

```

Titer Ipol          busy
Add sample          4 s
Stirrer

```

- 加入标准水样。

接着将出现样品量 (sample size) 询问：

```

Titer Ipol          hold
Sample size         1.0
Press [START] key to continue

```



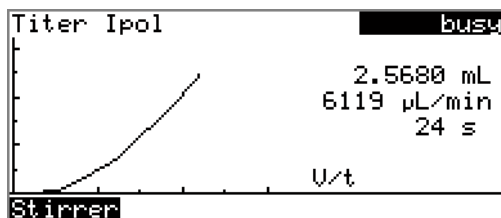
3 输入样品量

- 通过[OK]打开编辑对话框。
- 输入样品量，并通过**接受 (Accept)** 或[返回] (BACK) 应用。

4 开始滴定

- 按下[开始] (START)。

将开始滴定过程，并显示曲线。



滴定结束后，将显示结果对话框。如连接了打印机，则会打印出报告。将自动重新开始调整过程。



5 执行余下的测定

- 用同样的方式进行余下的滴定度测定。

6 显示统计数据

- 最后一次测定结束后，可在功能栏中选择**统计 (Statistics)** 功能，并通过[OK]进行确认。

将显示统计 (Statistics) 概览。

Statistics	cond.ok
Titer	
Mean(5)	5.0011 mg/mL
s abs	0.00641 mg/mL
s rel	0.13 %
Statistics	5/5
Details	Reset Increase

概览中将显示平均值 (Mean)、绝对标准偏差 (s abs) 及相对标准偏差 (s rel)。显示平均值时，会显示单个结果的数目，平均值就是通过这些单个结果计算而来。本例中为 5 个。**统计 (Statistics)** 可显示，已执行了多少次测定及一共应执行多少次测定。在本例中将执行所有五次测定。

- 在功能栏中选择**详情 (Details)** 功能，并通过[OK]进行确认。

Details	cond.ok
Result	Sample size
1 4.9993 mg/mL	2.5863 g
2 5.0069 mg/mL	2.5907 g
3 4.9916 mg/mL	2.5987 g
4 5.0072 mg/mL	2.5904 g
5 5.0007 mg/mL	2.5875 g
On/Off	

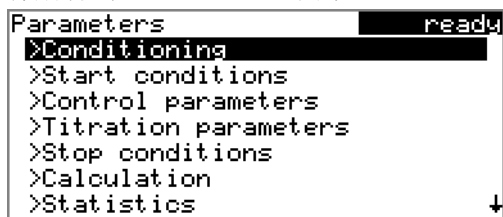
对每次测定，均会显示结果及量度。通过**打开/关闭**可从统计中清除掉选定的测定。选定的行将有一个星号 (*) 标记，然后统计将自动重新进行计算。

7 中断预滴定

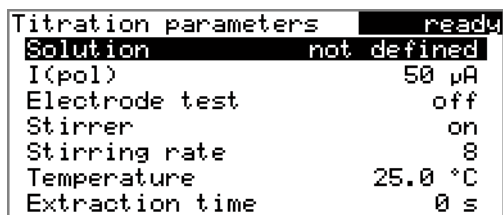
- 按下[**停止**] (stop)。

预滴定过程中断，且计量管将被充满。

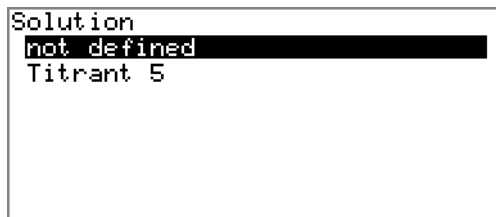
- 选择菜单项**参数**，并通过[OK]进行确认。
将打开参数（Parameters）对话框：



- 选择菜单项**滴定参数**（Titration Parameters），并通过[OK]进行确认。



- 选择参数**溶液**（Solution），并通过[OK]进行确认。
将显示配置溶液的列表。



- 选择新配置的溶液，并通过[OK]采用。

3 调整计算

- 通过[返回]（BACK）切换到参数对话框。

- 输入需进行的测定次数，在本例中为 **3** 次。
- 通过**接受 (Accept)** 或**[返回] (BACK)** 采用值。

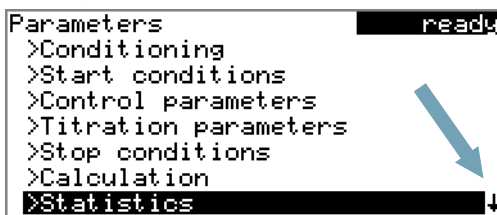


提示

如果您未连接打印机，则请您从第 6 步继续进行。

5 定义报告

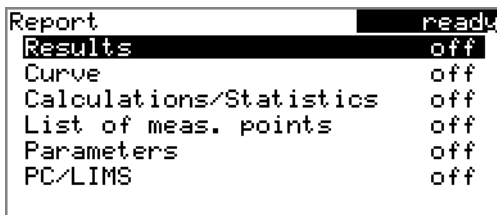
- 通过**[返回] (BACK)** 切换到参数对话框。



画框右下角的箭头表明，该对话框还包含其他菜单项。可按习惯通过箭头键[↓]进行选择。

- 通过箭头键[↓]选择菜单项**报告**，并通过**[OK]**打开相应对话框。

将显示可用报告列表：



- 选择参数**结果 (Result)**，并通过**[OK]**进行确认。
- 选择**打开**，并通过**[OK]**进行确认。
- 选择参数**曲线 (Curve)**，并通过**[OK]**进行确认。
- 选择**打开**，并通过**[OK]**进行确认。



6 储存方法

- 将自动储存更改了的参数。无需用其本身的名称储存方法。

7 切换到主对话框

- 通过多次按下[返回]（BACK），可切换到主对话框。

3.7 测定一个样品中的水份含量

您可以使用上一次滴定度测定的反应介质，或使用新的甲醇。

1 开始预滴定

- 按下[开始]（START）。

开始进行预滴定。将一直显示**预滴定未完成**（**cond.busy**），直至达到终点。

```

KFT Ipol                                cond.busy
Conditioning not OK
Drift                                     162 µL/min
Stirrer
  
```

在功能栏中选择了**搅拌器（Stirrer）**功能。通过按下[OK]，将打开搅拌器的参数对话框。

```

Stirrer                                cond.ok
Stirrer  on  Rate  8
Off Stir- Stir+
  
```

通过 **Stir-** 可降低搅拌器速度，通过 **Stir+** 则可提高速度。通过**关闭**可关断搅拌机。如搅拌机已被关断，则本文本将转变为**打开**。由此可再次接通搅拌器。通过**[返回]** (BACK) 可关闭本对话框。

对反应介质进行滴定，直至终点。显示**预滴定完成** (cond.ok)。将稳定保持在该状态。

```

KFT Ipol                               cond.ok
Conditioning OK
↔Drift                                1.8 µL/min
Stirrer
  
```

2 添加样品



提示

您可这样计算样品的量，使滴定溶液消耗体积为计量管体积的 10…90 %。

- 按下**[开始]** (START)。
将停止预滴定过程。添加样品 (Add sample) 的要求将显示 8 秒钟。
在此时间内，应添加样品。

```

KFT Ipol                               busw
Add sample                               5 s
Stirrer
  
```

- 添加样品。

接着将出现样品量 (Sample size) 询问：

5 执行余下的测定

- 以同样的方式执行余下的测定。

6 显示统计数据

- 最后一次测定结束后，可在功能栏中选择**统计 (Statistics)** 功能，并通过[OK]进行确认。

将显示统计概览。

Statistics	cond.ok
Water	
Mean(3)	6.92 %
s abs	0.050 %
s rel	0.72 %
Statistics	3/3
Details	Reset Increase

在概览中将显示平均值 (Mean)、绝对标准偏差 (s abs) 和相对标准偏差 (s rel)。显示平均值时，会显示单个结果的数目，平均值就是通过这些单个结果计算而来。本例中为 3 个。**统计 (Statistics)** 可显示，已执行了多少次测定及一共应执行多少次测定。在本例中将执行所有三次测定。

- 在功能栏中选择**详情 (Details)** 功能，并通过[OK]进行确认。

Details	cond.ok
Result	Sample size
1 6.91 %	0.3759 g
2 6.87 %	0.3806 g
3 6.97 %	0.3728 g
On/Off	

对每次测定，均会显示结果及样品量。通过**打开/关闭 (On/Off)** 可从统计中清除掉选定的测定。选定的行将有一个星号 (*) 标记，然后统计将自动重新进行计算。



7 中断预滴定

- 按下[停止] (stop)。

预滴定过程中断，且计量管将被充满。