

ZDJ-5 型自动滴定仪
使用说明书(电位滴定部分)

敬告用户：

- 请在**使用本仪器前**，详细阅读本说明书。
- 仪器**超过一年**必须送计量部门或有资格的单位复检，合格后方可使用。
- 所有电极的保质期为一年，出厂一年后，不管是否使用过，其性能都会受到影响，应及时更换。

目 录

一、概述	3
二、仪器主要技术性能	3
三、仪器结构	4
四、仪器使用	9
1. 仪器安装和连接	9
2. 仪器功能介绍	13
3. 滴定模式介绍	14
4. 开机	14
5. 补液	16
6. 清洗	16
7. 滴定	17
7.1 预滴定模式	17
7.2 预设终点滴定模式	21
7.3 模式滴定模式	23
7.4 空白滴定模式	24
7.5 手动滴定模式	25
8. 滴定数据的处理	26
8.1 当前数据的处理	26
8.1.1 贮存滴定数据	27
8.1.2 生成模式	28
8.1.3 样品浓度	29
8.1.4 终点的设置或修改	30
8.1.5 打印	30
8.1.6 关于	31
8.2 查阅和打印贮存数据	32
9. 模式	32
10. 仪器的系统参数设置	34

10.1 设置搅拌速度	• • • • • • • • • •	35
10.2 设置系统时间	• • • • • • • • • •	35
10.3 设置打印机	• • • • • • • • • •	36
10.4 设置滴定管	• • • • • • • • • •	37
11. 电极标定	• • • • • • • • • •	37
12. pH 测量	• • • • • • • • • •	39
13. 滴定管系数的标定	• • • • • • • • • •	40
五、仪器的维护与维修	• • • • • • • • • •	41
六、仪器的成套性	• • • • • • • • • •	41
七、附录	• • • • • • • • • •	41

一、概述

ZDJ-5 型自动滴定仪是一种分析精度高的实验室分析仪器，它主要用于高等院校、科研机构、石油化工、制药、药检、冶金等行业的各种成分的化学分析。

仪器特点：

- 仪器采用模块化设计。可由控制单元、容量滴定单元、pH/mV 测量单元组成电位滴定仪；也可由控制单元、容量滴定单元、永停测量单元组成永停滴定仪；由控制单元、容量滴定单元、电导测量单元组成电导滴定仪；也可将容量滴定单元换成库仑滴定单元组成库仑滴定仪。控制单元可由 PC 机代替进行控制。
- 仪器采用触摸显示屏，可即时显示滴定曲线及其一阶导数和作图谱对比分析。可对滴定模式进行编辑和修改。
- 良好操作界面，采用中文显示、菜单、图形、快捷键等操作方法。仪器具有断电保护功能在仪器使用完毕关机后或非正常断电情况下，仪器内部贮存的测量数据和设置的参数不会丢失。
- 仪器选用不同电极可进行：酸碱滴定、氧化还原滴定、络合滴定、非水滴定和 pH 测量等多种滴定。仪器用预滴定、预设终点滴定、空白滴定或手动滴定功能可生成专用滴定模式，扩大了仪器使用范围。
- 仪器传动系统进行了改进，有效地降低了仪器的噪声。搅拌系统采用 PWM 调制技术，软件调速。滴定系统采用抗高氯酸腐蚀的材料，可进行非水滴定。

- 仪器可外接(TP-16 型、TP-24 型或 TP-40 型)串行打印机，打印测量数据、滴定曲线和计算结果。
- 仪器可由计算机控制操作，在计算机上即时显示滴定曲线及其一阶、二阶导数和作图谱对比分析。可对滴定模式进行编辑和修改，并可进行多种统计结果的计算。

二、仪器主要技术性能

1 测量范围

pH 值：(0.00~14.00)pH；

mV 值：(-1999.0~1999.0)mV；

温度值：(-5.0~105.0)℃。

2 分辨率

pH 值：0.01pH；

mV 值：0.1mV；

温度值：0.1℃。

3 电子单元基本误差

pH 值：±0.01pH±1 个字；

mV 值：±0.03%满度；

温度值：±0.3℃；

控制滴定灵敏度：±2mV。

4 滴定管容量允差

10ml 滴定管：±0.025ml；

20ml 滴定管：±0.035ml。

5 滴定管输液或补液速度： 55 ± 10 s(滴定管满度时)。

6 滴定分析的重复性：0.2%。

7 电子单元重复性误差：不大于 0.2mV。

8 电子单元稳定性： $\pm 0.3 \text{ mV} \pm 1$ 个字/3h。

9 仪器正常工作条件

环境温度： $(5.0 \sim 35.0) ^\circ\text{C}$ ；

相对湿度：不大于 80%；

供电电源： $(220 \pm 22) \text{V}$ ，频率 $(50 \pm 1) \text{Hz}$ ；

除地磁场外，周围无电磁场干扰。

10 外形尺寸(mm)： $360 \times 300 \times 300$ (长 $\times$ 宽 $\times$ 高)。

11 重量(kg)：约 10。

三、仪器结构

1 仪器正面图

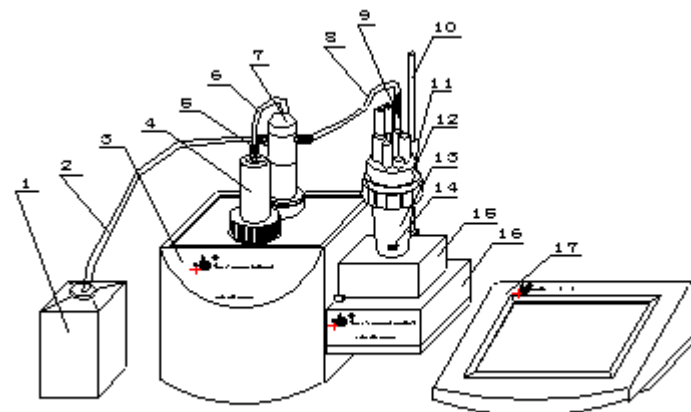


图 1

- | | | | |
|-----------|----------|------------|-------------|
| (1) 贮液瓶 | (2) 输液管 | (3) 容量滴定单元 | (4) 滴定管 |
| (5) 接口螺母 | (6) 输液管 | (7) 转向阀 | (8) 输液管 |
| (9) 滴液管 | (10) 电极梗 | (11) 紧定螺钉 | (12) 溶液杯支架 |
| (13) 溶液杯 | (14) 搅拌珠 | (15) 搅拌器 | (16) 电位测量单元 |
| (17) 控制单元 | | | |

如图：仪器由控制单元(17)、容量滴定单元(3)、电位测量单元(16)三部分组成。其中，可由 PC 机(需安装本厂 ZDJ-5 型自动滴定仪控制软件)代替控制单元进行滴定控制。

2 仪器后面板

a. 控制单元后面板

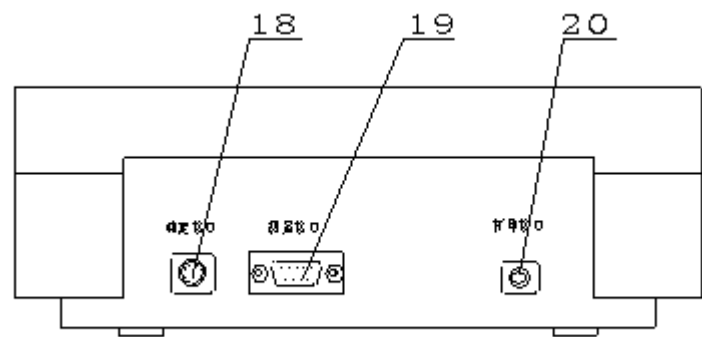


图 2

(18) 滴定接口 (19) 测量接口 (20) 打印接口

b. 容量单元后面板

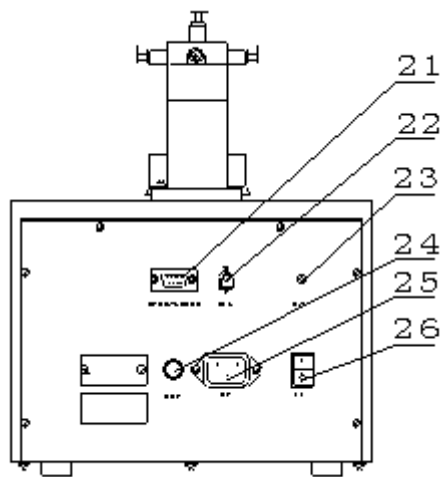


图 3

(21) 滴定接口/RS232 (22) 搅拌器插座 (23) 指示灯
(24) 保险丝座 (25) 电源插座 (26) 电源开关

c. 电位测量单元后面板

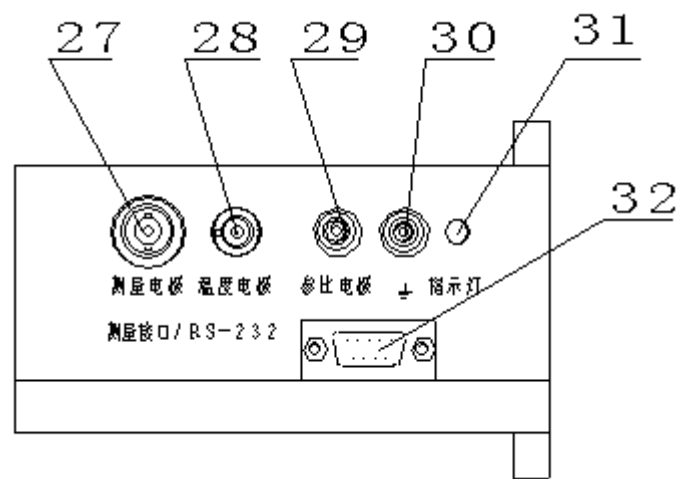
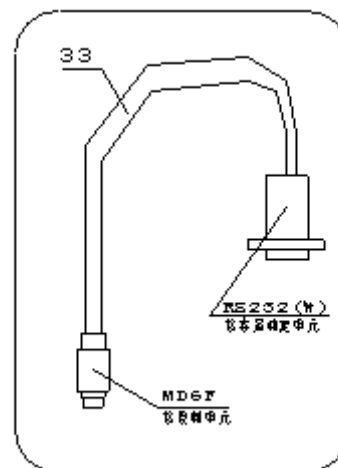


图 4

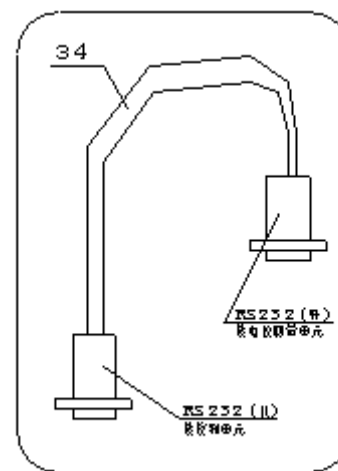
(27) 测量电极插座 (28) 温度传感器插座 (29) 参比电极接线柱
(30) 接地接线柱 (31) 指示灯 (32) 测量接口/RS-232

其中控制单元“滴定接口”(18)接容量滴定单元“滴定接口/RS232”(21)；控制单元“测量接口(19)”接电位测量单元“测量接口/RS232”(32)。

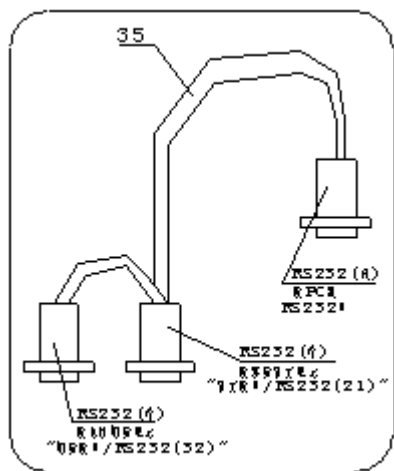
3 仪器配件



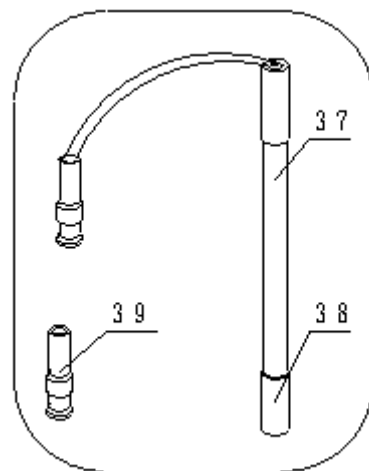
(33) 控制单元——> 容量滴定单元专用连接线



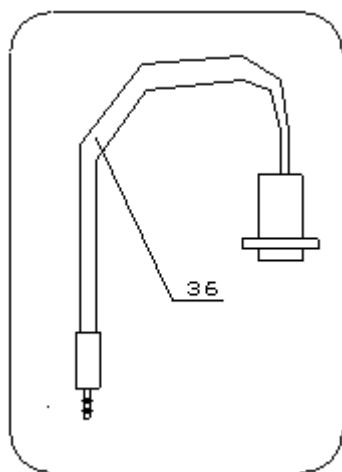
(34) 控制单元——> 电位测量单元专用连接线



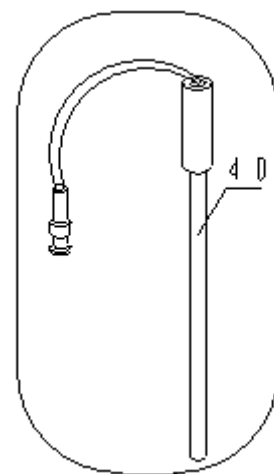
(35)PC 机——>ZDJ-5 型自动滴定仪专用连接线



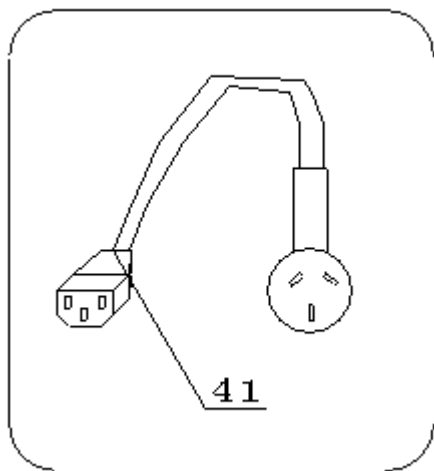
(37)E-201-C-9 型 pH 复合电极
(38) 电极套
(39)Q9 短路插头



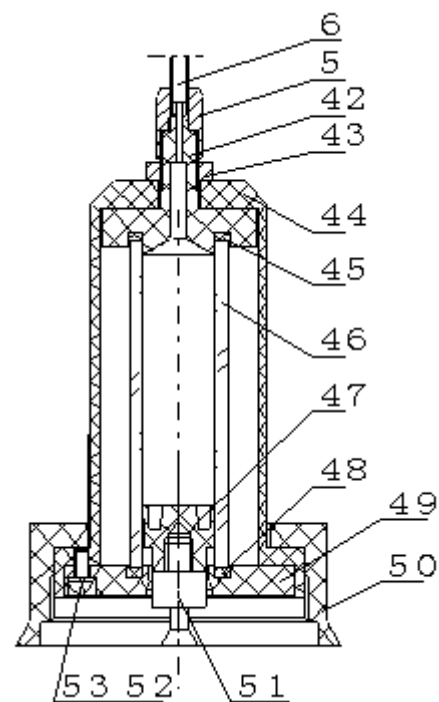
(36)TP-40 型打印机专用连接线



(40)T-818-B-6 型温度传感器



(41)国际通用电源线



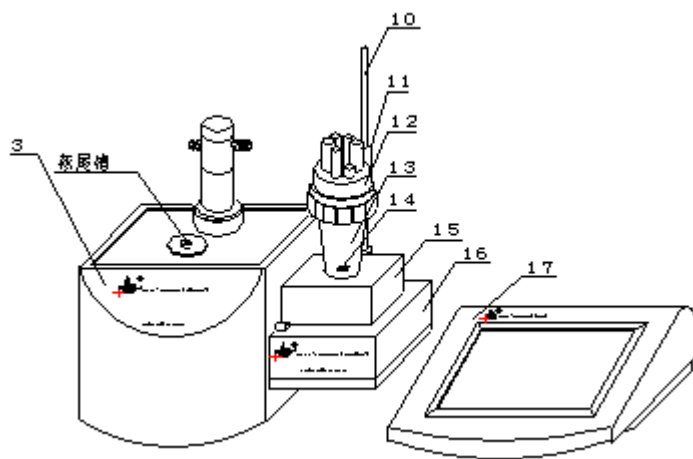
- (42) 上密封环 (43) 小螺母 (44) 保护罩 (45) 上密封圈
 (46) 滴定管 (47) 活塞 (48) 下密封圈 (49) 下密封环
 (50) 大螺母 (51) 活塞杆 (52) 弹簧垫圈 (3只)
 (53) 螺钉 M3×8 (3只)

滴定管

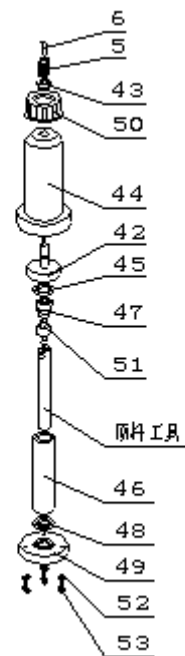
四、仪器使用

1 仪器的安装和连接

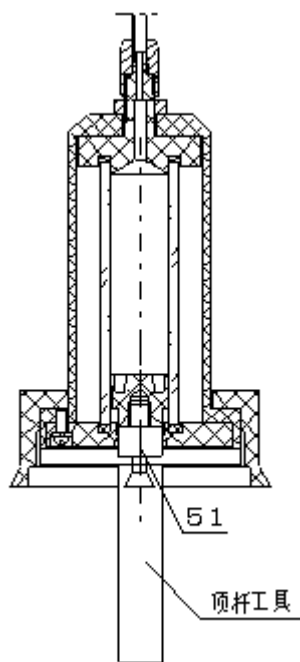
1.1 仪器的安装



- a 将容量滴定单元(3)与和控制单元放在试验台上,按图示将搅拌器(15)放在电位测量单元(16)上,插入电极梗(10);装入溶液杯支架(12)和溶液杯(13),在溶液杯(13)中放入搅拌珠(14),并用紧定螺钉(11)分别锁紧搅拌器(15)和溶液杯(13)。



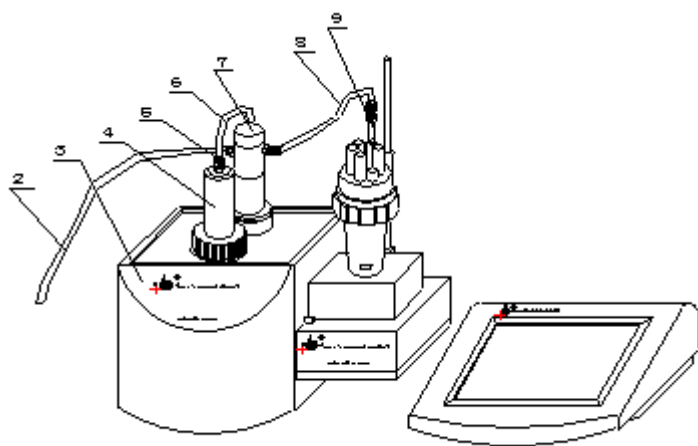
- b 滴定管在滴定前,特别是在做不同浓度的滴定,或是在不同溶液的滴定前,必须对滴定管进行清洗。滴定管(4)的装配示意图见左图,在装配时,在仪器备件中拿出顶杆工具,装在滴定管装置下端活塞杆(51)上,如下图。然后按左图所



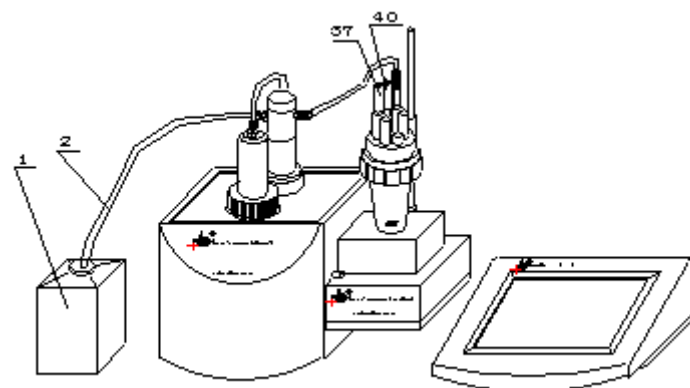
示，

滴定管（46），再将下密封圈（48）、下密封环（49）安装好，最后用螺钉 M3×8（3 只）（53）、弹簧垫圈（3 只）（52）将滴定管拼紧，注意，在用螺钉 M3×8（3 只）（53）拼紧时，应均匀拼紧，否则滴定管可能漏液，影响滴定精度。然后利用顶杆工具将活塞（47）拉到最低点（如图示位子）。

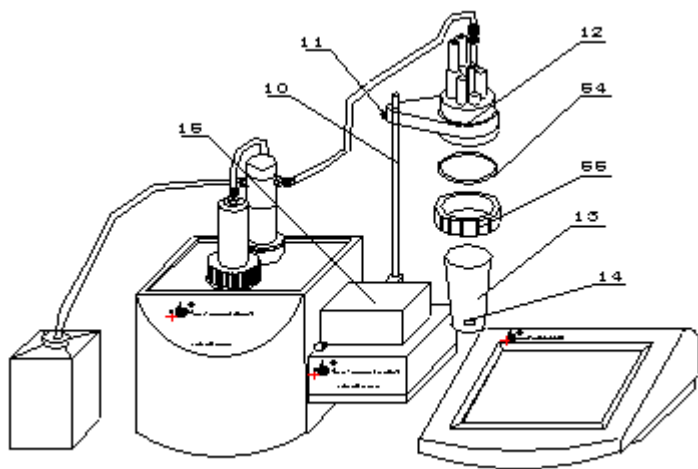
先拆下螺钉 M3×8（3 只）（53）、弹簧垫圈（3 只）（52）、再拿出下密封环（49）、下密封圈（48）、滴定管（46）和活塞（47），拆下滴定管（46），用蒸馏水反复清洗滴定管，清洗完毕，用滤纸吸干滴定管（46）口的水珠。然后按图示安装滴定管，先将活塞（47）用顶杆工具从滴定管（46）上口装入，然后将滴定管（46）和活塞（47）装入保护罩（44）内，滴定管（46）上口应与上密封圈（45）紧贴，且不能碰碎



- c 将滴定管（4）安装在容量滴定单元（3）上，**注意，滴定管上的活塞杆应插入顶杆上的燕尾槽内**，然后拼紧滴定管（4）上的螺母（50）；按图插入滴液管（9）；然后按图所示分别将输液管（2）（最长的一根）、输液管（6）（最短的一根）、输液管（8）用接口螺母（5）联接好，**注意，接口螺母（5）一定要拼紧，不得有泄漏现象。**

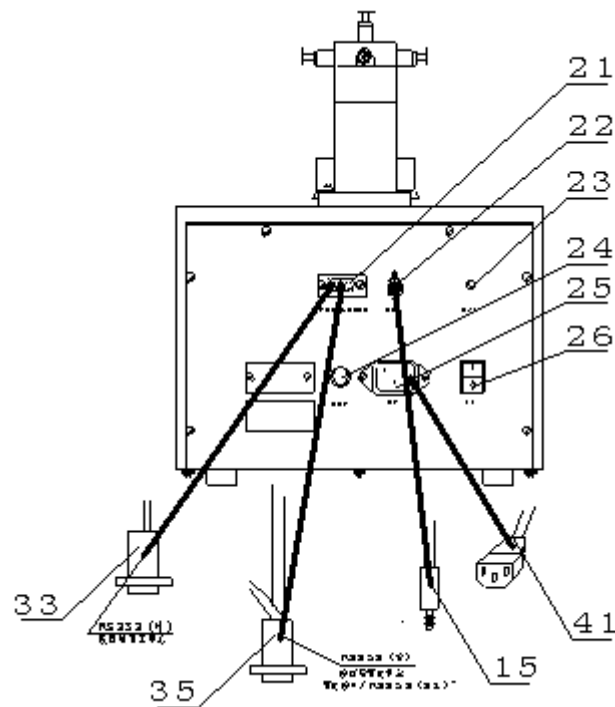


- d 按图所示插入 T-818-B-6 型温度传感器（40），拔去 E-201-C-9 型 pH 复合电极（37）上的电极套（38），然后按图所示插入 E-201-C-9 型 pH 复合电极（37），将输液管（2）放入贮液瓶（1）的底部。

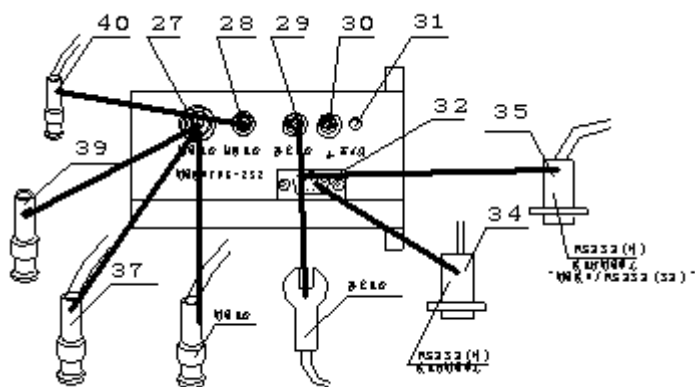


- e 仪器在滴定时，要更换溶液，就要装拆溶液杯，如上图所示，先将紧定螺钉（11）放松，将整个溶液杯装置抬高并旋转至图示位子，然后锁紧紧定螺钉（11），手托住溶液杯（13），旋转放松大螺帽（55），拿出溶液杯（13），倒掉溶液杯（13）中的溶液，清洗数次，**注意，搅拌珠（14）也必须一起清洗**，在溶液杯（13）中倒入被测溶液，**注意，搅拌珠（14）必须放在溶液杯（13），的杯底**。然后将溶液杯（13）安装好，拧紧大螺帽（55），放松紧定螺钉（11），移下溶液杯装置，使溶液杯（13）杯底接触搅拌器（15）表面，并使溶液杯（13）放在搅拌器（15）的中间，最后拧紧紧定螺钉（11）。

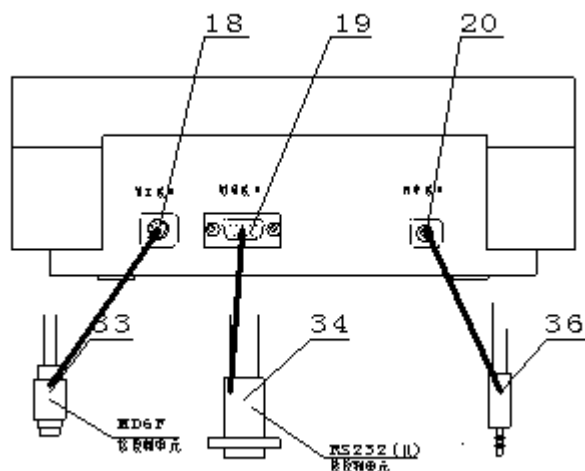
1.2 仪器的连接



容量滴定单元后面板



电位测量单元后面板



控制单元后面板

- 用控制单元——>容量滴定单元专用连接线(33)将控制单元“滴定接口”(18)和容量滴定单元“滴定接口/RS232”(21)连接起来。
- 将搅拌器(15)接线头接入容量滴定单元的“搅拌器”插口(22)，用TP—40型打印机专用连接线(36)将打印机接入控制单元的“打印接口”(20)。将国际通用电源线(41)插入容量滴定单元的电源插座内(25)；拧下保险丝座(24)上的保险丝盖，装入备件中保险丝 $\Phi 5 \times 20$ (1A)，然后拧紧保险丝盖(仪器出厂前已装好保险丝)。
- 用控制单元——>电位测量单元专用连接线(34)将控制单元“测量接口”(19)和电位测量单元“测量接口/RS232”(32)连接起来。
- 若仪器和PC机配套，用PC机——>ZDJ—5型自动滴定仪专用连接线(35)，将孔式插头和PC机的RS232接口连接，针式插头分别与容量滴定单元“滴定接口/RS232”(21)、电位测量单元“测量接口/RS232”(32)连接起来。
- 将T—818—B—6型温度传感器(40)接线头接入pH/mV测量单元的“温度电极插口”(28)，将E—201—C—9型pH复合电极(37)接线头接入电位测量单元的“测量电极插口”(27)。如果使用的是测量电极和参比电极，则将测量电极接入电位测量单元的“测量电极插口”(27)，参比电极接入电位测量单元的“参比电极”接线柱(29)。至此仪器安装连接完毕。

2 仪器功能介绍

仪器主要滴定模式有预滴定、预设终点滴定、模式滴定和手动滴定。仪器选用不同电极可进行：酸碱滴定、氧化还原滴定、络合滴定、非水滴定和恒pH测量等多种滴定。仪器用预滴定、预设终点滴定、空白滴

定或手动滴定功能可生成专用滴定模式，仪器可由计算机控制，在计算机上即时显示滴定曲线及其一阶、二阶导数和作图谱对比分析。

3 滴定模式介绍

- 预滴定：预滴定是仪器的主要滴定模式之一，许多模式滴定都可由预滴定模式产生。仪器可以通过预滴定模式自动找到滴定终点，从而生成专用滴定模式。



预滴定模式中终点突跃参数分为：大、中、小。仪器此项参数的省缺值设为“中”。若对终点突跃低的反应，用户必须将此参数设置为“小”（详见“预滴定参数的设置”章节）。

- 预设终点滴定：如果用户已知 pH 或电位的滴定终点值，就可以用预设终点滴定功能进行滴定。用户只要输入终点数、终点 pH 或电位值和预控点值（预控点是快速滴定到慢速滴定的切换点），即可进行滴定。
- 模式滴定：仪器提供两种专用模式滴定
 - a. $\text{HCl} \rightarrow \text{NaOH}$ (0.1mol/L)
 - b. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{Fe}^{+2}$ (0.1mol/L)

其余模式滴定需要用户作预滴定后而生成。用户经过预滴定后得到滴定参数，通过按“模式”键，可将此参数贮存于仪器中，从而生成专用滴定模式。以后用户只要载入此模式，即可进行滴定（详见 8.12 “生成模式”章节）。

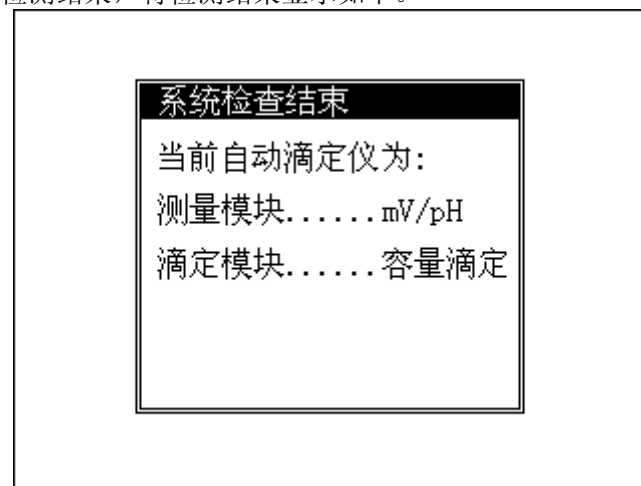
- 手动滴定：用户通过设定添加体积，进行手动滴定。该滴定模式可帮助用户寻找滴定终点。

- 空白滴定：该模式适用于滴定剂消耗少的滴定体系（1ml 以下）。在此模式中，仪器每次添加体积为 0.02ml（用户可以修改此参数），用户也可设置预加体积参数，以便加快滴定速度。从而仪器自动寻找滴定终点生成专用滴定模式。

4 开机

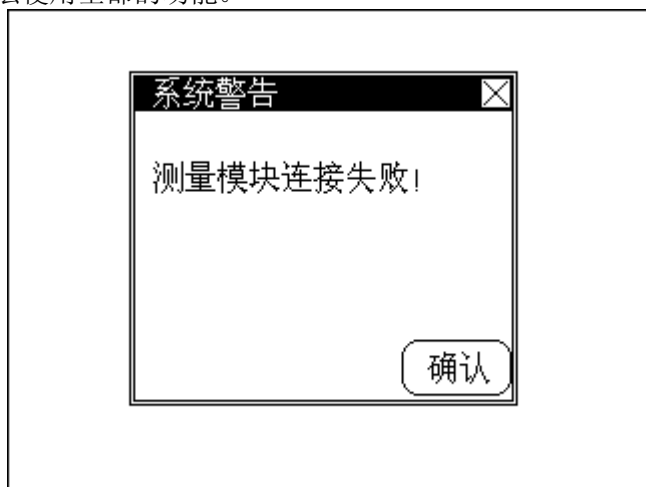
用户将 ZDJ-5 容量滴定模块、mV/pH 测量模块、控制模块连接在一起，便组成了自动电位滴定仪，以下简称电位滴定仪。将滴定模块、测量模块和控制模块正确连接后，再接上电源，开机，电位滴定仪即可正常使用。

仪器开机后，自动开始自检，之后即显示“ZDJ-5 自动滴定仪 上海精密科学仪器有限公司”字样，稍等，仪器开始检测连接的滴定模块和测量模块，检测结束，将检测结果显示如下。



仪器检测结束显示示意图

如果用户连接错误或者由于仪器连线或者仪器本身等原因导致连接失败时，仪器会自动提醒用户，显示如下。图示即为测量模块连接失败时的显示示意图。此时，用户应断开电源，仔细检查连线是否正确，如果连接正确，则可能是仪器本身的问题，需要与我公司联系以取得帮助。当然，用户也可按“确认”键继续操作下去，但仪器会自动限制用户的某些操作，用户自然无法使用全部的功能。



测量模块连接失败显示示意图

仪器检测结束，自动进入到测量状态，显示如下，称为仪器的起始状态，将来仪器所有的功能都从这里开始。



起始状态 mV 显示示意图

其中显示屏上面为菜单项，包括“查阅”（如果有滴定数据或者存贮数据）、“滴定”、“模式”、“设置”、“标定”等；中间为测量结果显示，显示当前的电位值（或者 pH 值）和温度值；右面为常用的按键，包括“滴定”、“清洗”、“补液”；下面显示滴定模块状态、搅拌器图标、电极斜率图标和系统时间。用户按菜单项、常用键或者图标等可以进入相应的功能模块。

如果滴定模块或者测量模块连接失败后，用户按“确认”键继续操作下去，则当前电位显示区将显示“88.888”字样；而滴定模块状态将显示“Off line”字样。

电位滴定仪具有以下功能：补液、清洗、滴定（包括预滴定、预设终点滴定、模式滴定、空白滴定、手动滴定等 5 种）、可以标定电极斜率、选择滴定管、设置滴定管系数、设置搅拌器速度、设置系统时间、选择打

印机等。在滴定过程中动态显示滴定曲线，滴定结束，可以查阅滴定数据、存贮滴定数据并按照需要生成用户专用模式；仪器本身提供 2 套系统模式，允许用户查阅模式、删除模式、编辑模式，下面将一一介绍这些功能。

5、补液

在仪器的起始状态，按“补液”键，滴定模块即开始补液，仪器显示如下。



滴定模块补液示意图

补液结束，仪器自动返回起始状态。在补液过程中，如果用户希望及时终止补液，可以按“终止”键，滴定模块即暂停补液，同时仪器提示用户确认，显示如下。



滴定模块补液过程中暂停示意图

此时用户可以按“取消”键继续补液下去，或者按“确认”键终止补液，仪器将自动返回起始状态。

6、清洗

在仪器的起始状态，按“清洗”键，仪器显示如下。



设置滴定模块清洗次数示意图

用户可以设置清洗次数，最多可清洗 10 次，设置完毕，按“开始清洗”键，滴定模块即开始清洗，显示如下。

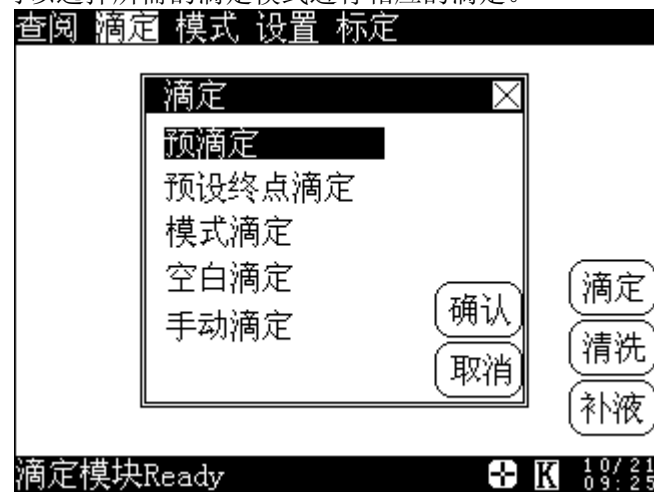


滴定模块清洗示意图

清洗结束，仪器自动返回起始状态。同样在清洗过程中，用户可随时终止清洗。

7、滴定

仪器共提供 5 种滴定模式，即 **预滴定模式**、**预设终点滴定模式**、**模式滴定模式**、**空白滴定模式**、**手动滴定模式**等。在仪器的起始状态下，按“滴定”键，或者按菜单项上的“滴定”项，仪器会显示全部滴定模式，显示如下，用户可以选择所需的滴定模式进行相应的滴定。



滴定模式选择示意图

7.1 预滴定模式

预滴定模式是仪器的主要滴定模式之一，许多**模式滴定**都可由**预滴定模式**产生。仪器可以通过**预滴定模式**自动找到滴定终点，从而生成专用滴

定模式。当用户对某些滴定不熟悉或者不清楚滴定实际的终点时，可以采用 **预滴定模式**。在仪器的起始状态下，按“滴定”键，仪器显示全部的滴定模式，用户选择“预滴定”，再按“确认”键，或者再选择一次“预滴定”，仪器即进入到 **预滴定模式**，仪器显示如下。

预滴定/参数设置	
mV/pH滴定	突跃量设定
mV滴定 pH滴定	第一终点
平衡电位开关: ☒ 开	突跃量: 大 ☒ 中 小
大小: 1mV	大小: 100
平衡时间开关: ☒ 开	最小体积: 0.02mL
大小: 10s	结束体积: 40mL
默认设置 搅拌 开始滴定	

预滴定模式参数设置示意图

开始 **预滴定模式** 之前，需要进行一些 **预滴定模式** 参数的设置，这些参数包括：**mV/pH 滴定参数**、**最小体积参数**、**平衡电位参数**、**平衡时间参数**、**终点突跃量参数**以及**结束体积参数**等。这部分参数控制着仪器的 **预滴定模式**，修改这部分参数将直接影响预滴定的结果，绝大多数情况下，用户不必设置这部分参数，即能满足滴定要求。

7.1.1 mV/pH 滴定参数

mV/pH 滴定参数用以指示本次滴定为 mV 滴定还是 pH 滴定。用户选择 mV 滴定时，本次滴定即为 mV 滴定，所有显示都按照 mV 显示，反之

亦然。

7.1.2 平衡电位参数

预滴定模式的过程是这样的：仪器首先会添加一定数量的滴定剂，添加结束，仪器采样添加后的电位值，然后按照添加前后的电位变化量计算下一次的添加量，再次添加、采样、计算，如此重复，直至滴定结束。滴定剂添加后，仪器将采样添加后的电位，并以此计算下一次的添加量，所以这个电位的采样十分重要，仪器允许用户自己设置电位的平衡范围，也即电位的变化范围。当滴定开始后，仪器就会自动判断、采样当前电位，如果当前电位的变化满足用户设定的平衡电位条件时，此电位即有效，否则仪器会一直等待，直至满足条件为止。当然，仪器也允许用户关闭平衡电位的判断。

7.1.3 平衡时间参数

同 **平衡电位参数**一样，**平衡时间参数**也是用于控制滴定剂添加后的电位采样。当电位变化比较大，电位始终无法满足平衡条件时，有必要使用时间参数来限制，否则仪器会始终等待电位的平衡，仪器允许用户设置平衡时间，也就是说，如果电位始终无法平衡下来，那么到了设定的平衡时间，仪器仍然可以继续滴定下去，因此当电位首先满足平衡电位条件时，平衡时间条件会自然失效；而当用户关闭平衡电位参数开关时，仪器会始终将平衡时间参数视为有效（用户无法同时关闭 **平衡时间参数**和 **平衡电位参数**）；反之亦然。

7.1.4 最小体积参数

仪器允许用户设置最小的添加体积，一般为 0.02mL。

7.1.5 终点突跃量参数

终点突跃量是仪器最终判断终点的依据，分大、中、小三等。用户一般只需选择大、中、小即可，不必设置具体的突跃量大小。如果发现滴定的突跃量偏低或噪声太大，无法正确找到滴定终点时，建议用户重新设置**终点突跃量参数**（突跃低时将终点突跃设置为“小”，噪声大时将终点突跃设置为“中”或“大”）。

为了适应多终点滴定的需要，仪器规定任何滴定，最多只能有五个终点，对应五个终点有五个独立的控制量，可以独立设置其大小。对于许多各种各样的滴定，不可能有统一的模式或方法。为了控制和研究的方便，从一般用户需要考虑，我们将终点突跃分成三档，即大突跃、中突跃和小突跃。从滴定的情况来看，一般的滴定只需要将终点突跃设置为中突跃即可满足滴定要求，用户不必了解具体的终点突跃量的大小，也不必进行具体的设置。万一仪器不能满足用户所需的滴定要求，则可以重新设置对应终点突跃量的大小，从而满足用户滴定的要求。所以，一般而言，用户只需选择终点突跃为大、中、小即可。

用户对所需滴定有所了解后，有针对地选择对应终点的终点突跃量。例如，将第一终点的终点突跃设置为“大”，第二终点的终点突跃设置为“小”，则具体操作如下：选择“第一终点”，再选择“大”即表示将第一终点的突跃量设置为大突跃，再按一下“第一终点”，仪器显示“第二终点”，选择“小”即表示将第二终点的突跃量设置为小突跃。

如果用户希望了解每一终点对应的终点突跃量大小，那么，用户在如上图显示时，依次按“第一终点”键，仪器将依次显示对应终点相对应的终点突跃量。如果需要修改大小，直接选择突跃量大小即可输入新的突跃量。



1. 预滴定终点突跃量直接控制预滴定，修改终点突跃量的大小会直接影响下一次的预滴定，修改前望用户注意。
2. 一般而言，用户不必修改突跃量的大小。

7.1.6 结束体积参数

在预滴定时，找到一个滴定终点后仪器自动进行下一个终点寻找而不会停止滴定，必须按“终止”键或根据结束体积设置值停止滴定。结束体积省缺值为 40ml，用户可根据实际需要重新设置。当添加量达到用户设定的结束体积时，仪器会自动终止滴定。

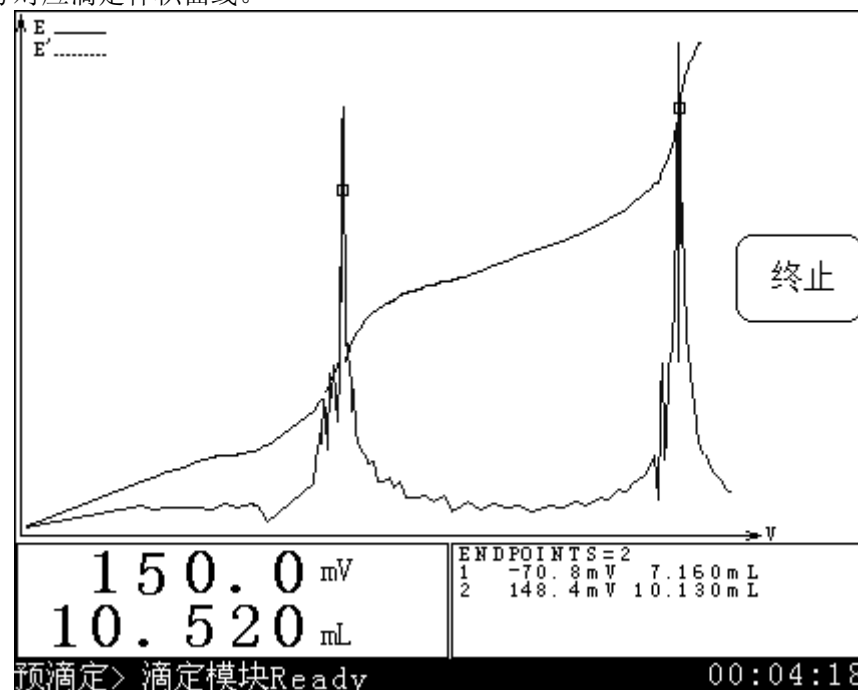
用户如果需要修改其中的参数，可以选中某参数，仪器会自动弹出一个输入窗口，用户按需要输入相应的数据即可。在此提醒用户，这些参数直接控制着整个滴定，因此修改任何一个参数都可能影响最终的滴定结果，所以用户修改前应对这些参数有所了解。仪器提供了一个可以恢复初始参数（出厂时的参数）的功能，当用户发现设置的参数不正确，或者无法完成某些滴定时，仍可按“**默认设置**”键来恢复。

为了方便用户使用仪器，在这里用户同时可以设置搅拌器的速度，如果用户选择了 pH 滴定，那么用户还可以直接标定电极斜率（按“标定”键，再按“确认”即可）。

全部参数设置完毕，按“开始滴定”键，即可正式开始预滴定。

滴定开始后，仪器将显示如下图框。其中左下角为当前电位（或 pH）值和当前滴定的体积量；右下脚为终点区，显示滴定的终点数以及终点大小；最下面显示当前的滴定名称、滴定模块的状态以及实际的滴定时间；左上方显示的即为滴定曲线，实线为电位对应滴定体积曲线，虚线为一次

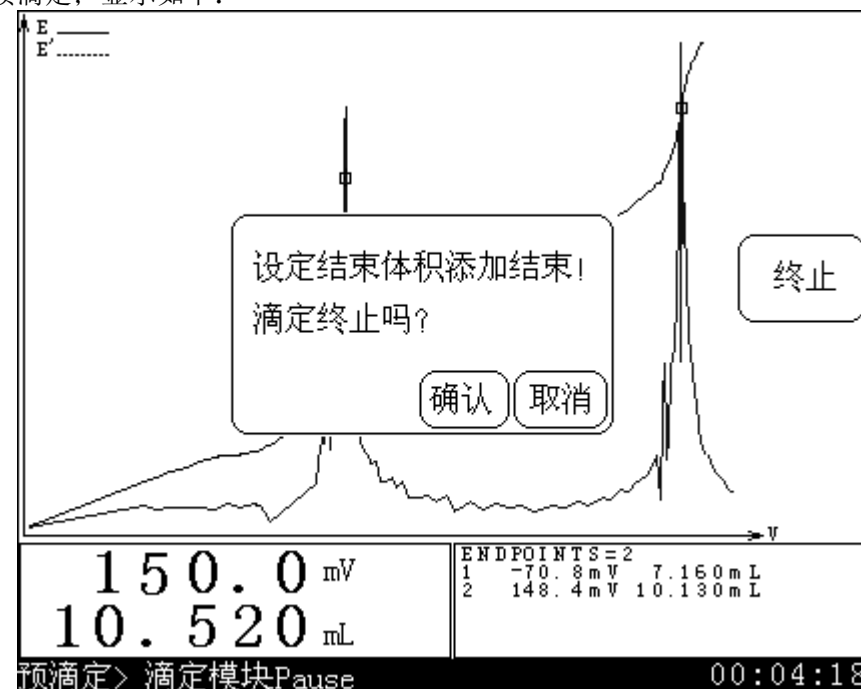
微分对应滴定体积曲线。



滴定时仪器显示示意图

滴定开始后，仪器会自动打开搅拌器，以用户设定的搅拌速度搅拌 10s，同时滴定模块会开始补液，等仪器补液结束，仪器才开始真正的滴定。仪器会按照**预滴定模式**控制整个滴定过程，用户不必进行过多的干预，仪器会自动添加、自动判断、自动采样、自动评估终点，一面添加，一面动态显示滴定曲线和滴定数据，如果仪器发现终点，仪器会鸣叫 3 次提示用户。仪器找到一个终点后，并不会停止下来，而是继续滴定下去，寻找下

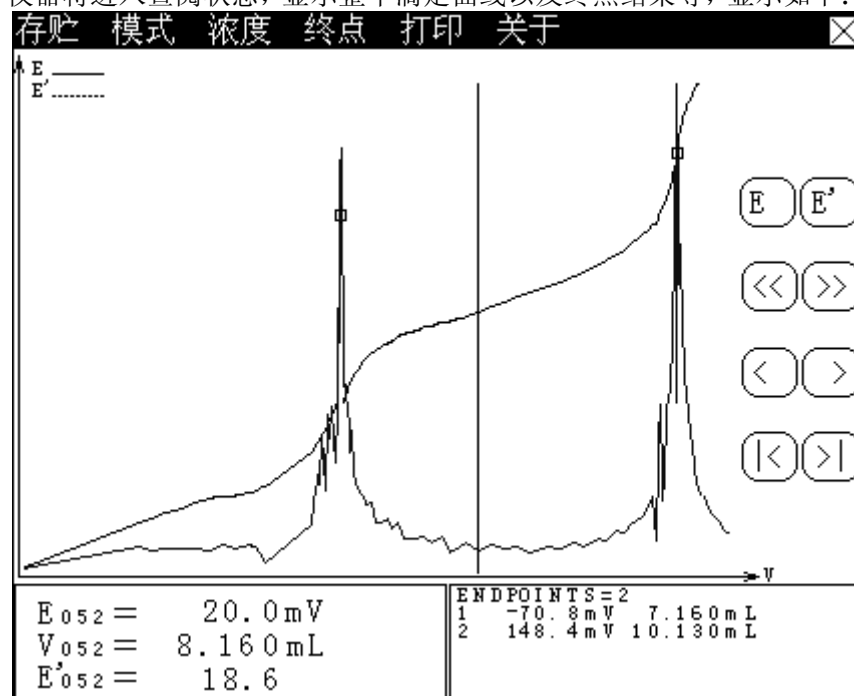
一个终点。如果用户认为所有终点已找到，则可按“终止”键，终止滴定。仪器将询问用户是否真的终止滴定，显示“终止滴定吗？”等字样，用户可按实际需要终止或继续滴定下去。如果仪器发现已添加完用户所设定的结束体积（最大体积），则仪器将自动提示用户，是否继续，用户可按实际需要选择终止滴定或继续滴定。按“确认”键结束滴定，按“取消”键，继续滴定；显示如下：



滴定至结束体积时的显示示意图

! 如果仪器发现已找到5个终点，则仪器不管所进行的滴定是否还有其他终点将直接终止滴定。

滴定结束，仪器会自动关闭搅拌器，并将控制滴定模块补液到底，之后，仪器将进入查阅状态，显示整个滴定曲线以及终点结果等，显示如下：



滴定结束时显示当前滴定数据示意图

其中上面为菜单项，包括“存储”、“模式”（如果有终点的话）、

“浓度”（如果有终点的话）、“终点”、“打印”、“关于”等和“关闭”键；中间为滴定曲线区，用户可以查阅滴定数据；左下角为指示线对应的滴定数据，包括电位、体积、微分等；右下角为终点区，显示终点数和对应终点值。

在这里，仪器允许用户存贮滴定曲线；打印滴定结果、打印滴定数据、打印滴定曲线；查阅滴定参数和滴定时间；允许用户设定终点、删除终点；如果滴定有终点的话，仪器允许用户生成专用模式并计算样品浓度值等。具体操作见8“滴定数据的处理”。

在下次滴定之前，本次滴定数据将被保存起来，用户可以在仪器的起始状态下按菜单项“查阅”键，选择“查阅当前数据”并按“确认”键再次进入。

! 在进行预滴定时，请用户特别注意以下几条：

- 1 在进行低突跃滴定时，用户必须将突跃“大、中、小”选择为“小”，否则，仪器将找不到滴定终点。
- 2 在进行预滴定时，因为仪器在找到滴定终点后，并不停止滴定，而是继续进行滴定，寻找下一个滴定终点。所以用户需要按“终止”键，终止滴定。
- 3 在进行pH滴定前，请先进行电极标定（详见“电极标定”章节）。

7.2 预设终点滴定模式

如果用户已知滴定终点值，就可以用预设终点滴定模式进行滴定。用户只要输入终点数、终点值（pH或电位值）和预控点值（预控点是快速滴定到慢速滴定的切换点），即可进行滴定。在仪器的起始状态下，按“滴

定”键，选择“预设终点滴定”即可进入**预设终点滴定模式**，显示如下。

预设终点滴定/参数设置	
mV/pH滴定 mV滴定 pH滴定	
终点数: 1	
第一终点	
预控量设定	
预控量开关: 关	预控点: 500mV
大小:	终点: 300.0mV
	延时时间: 10s
默认设置	搅拌
开始滴定	

预设终点滴定模式参数设置示意图

用户在进行**预设终点滴定模式**前，需要设置一些参数。**预设终点滴定模式**共有以下这些参数：**mV/pH 滴定参数**、**终点数量参数**、**各终点对应预控点参数**、**终点参数**、**延时时间参数**、**预控量开关**以及**大小参数**。

7.2.1 mV/pH 参数

mV/pH 滴定参数用以指示本次滴定为 mV 滴定还是 pH 滴定。用户选择 mV 滴定时，本次滴定即为 mV 滴定，所有显示都按照 mV 显示，反之亦然。

7.2.2 终点数量参数

终点数量参数指示本预设终点滴定共有几个终点。最大可以有 5 个。

7.2.3 预控点参数

预控点参数是告诉仪器滴定终点即将来临，仪器应当降低添加速度。

此值的设定直接关系到最终结果的正确性和实际的滴定时间。如果将预控点设置得离终点过近，那么到了预控点时可能会因滴定速度较快而导致最后的结果不准确；如果将预控点设置得离终点过远，自然会增加总的滴定时间。另外预控点必须设置在终点的前面，否则预控点自然会失去作用。

预控点设置的原则是：对大突跃的反应，预控点要设置到离终点电位远一点的地方。（一般距离终点电位 100mV 以上），而对小突跃的反应，预控点可以设置到离终点近一点的地方，以加快滴定速度。



1. 在设置多个终点的参数时，几个终点的终点电位和预控点电位的方向必须一致，次序也不能颠倒，否则仪器显示屏右下角不会显示“开始”字样，滴定无法进行。比如：用户选择了二个终点的预设终点滴定，设置第一个终点电位为“200mV”，第一预控点为“100mV”，第二终点为“-100mV”，第二预控点为“0mV”，即为设置错误。

2. 如果预控点设定在相反的方向，仪器将显示“预控点设置错”字样。比如，滴定开始时的电位为“100mV”，而终点设在“500mV”，预控点设在“600mV”，则预控点的设置错误，但将预控点设置为“50mV”是允许的，仪器一开始即进入慢速滴定。

7.2.4 终点参数

终点参数即为用户已知的滴定终点，用户只需直接输入即可。

7.2.5 延时时间参数

延时时间参数是指滴定到了设置的终点以后开始的延时。一般地，在终点附近会有电位的来回波动，设置一定的延时时间可以得到比较正确的结果。仪器判断到滴定已到用户设定的终点时，会控制滴定模块暂停下来，此时延时即开始，如果在延时没有结束之前电位又回到了设定的终点时，

仪器则会继续滴定下去，直至滴定过终点并延时结束为止。

7.2.6 预控量开关以及大小参数

预控量参数是为了控制滴定时间而设置的，预控量参数将直接影响预设终点滴定的滴定速度和分析时间。对于这个预控量，一般而言，用户不必直接设置，只需默认系统的设置即可，如果用户发现滴定过慢分析时间过长，或滴定过快，接近终点时未进入最慢速状态，则可打开预控量开关并重新设置预控量的大小(预控量关闭时，仪器采用默认的参数)。将预控量设置得大一点则滴定速度快一点，反之亦然。预控量调节范围为 30～90%。

正确设置好上述参数后，按“开始滴定”键即可开始**预设终点滴定**。同样的在设置上述参数时，同时可以设置搅拌器速度或者标定电极斜率。

7.3 模式滴定模式

模式滴定是针对某个特殊的滴定，它的终点是已知的；或者是用户在预滴定结束以后对结果比较满意而生成自己的专用模式，方便下一次重复使用。仪器提供两种专用模式滴定

- a. $\text{HCl} \rightarrow \text{NaOH}$ (0.1mol/L)
- b. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{Fe}^{2+}$ (0.1mol/L)

其余模式需要用户作预滴定后生成。用户经过预滴定后得到滴定参数，通过按菜单项“模式”键，选择“生成模式”，即可将此参数贮存于仪器中，从而生成用户专用的滴定模式。以后用户只要载入此模式，即可进行滴定（**模式生成详见 8.1.2 “生成模式” 章节**）。在仪器的起始状态下，按“滴定”键，选择“模式滴定”即可进入**模式滴定模式**，显示如下。

另存 删除 滴定 搅拌 标定	
选择模式01/02	模式 HCl---> NaOH(0.1)
01 HCl---> NaOH(0.1)	pH滴定
02 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{Fe}^{2+}$ (0.1)	终点数:1
	2003/06/15 00:00:00
	第一终点
	样品体积
	10.0mL
	滴定剂
	浓度
	0.1000
上页	下页
	终点: 7.00pH
	延时时间: 10s
	终点开关: 开

模式滴定选择模式示意图

其中，图示左面为当前存贮的总模式数和当前模式号，右面为高亮条选中模式的对应参数，包括**模式名称、mV 或pH 滴定、终点数、模式存贮时间、样品体积、滴定剂浓度**以及**各终点对应的终点值、延时时间和终点开关**（**具体模式参数的介绍和修改参见《查阅模式》章节**）。图示上面为按键区。用户按照自己所需，选择适当的模式，按“滴定”键，仪器提示“开始模式滴定吗？”，按“确认”键即可正式开始模式滴定。下面为一些模式滴定的参数和情况介绍。

7.3.1 mV/pH 滴定参数

模式生成以后，本参数即已确定，用户无法更改。图示即为 pH 滴定。

7.3.2 终点数参数

模式生成以后，本滴定的终点数即已确定，用户无法更改。图示即为 1 个终点。

7.3.3 存贮时间参数

此参数仅仅表示本模式生成或存贮时的时间。

7.3.4 模式标题参数

此参数是为了让用户更好的记忆和管理模式而设定的，用户可以自己编辑这个参数。

7.3.5 终点参数

此终点参数即为本滴定的实际终点值。仪器允许用户自己修改这个参数，但是，修改终点值将直接改变最后的滴定结果，修改前望用户注意。
仪器不主张用户这样做。

7.3.6 延时时间参数

延时时间参数是指滴定到了终点以后开始的延时时间。仪器允许用户自己修改这个参数，同样，修改延时时间将可能改变最后的滴定结果，修改前望用户注意。
仪器不主张用户这样做。

7.3.7 终点开关参数

在正常情况下，模式生成后，终点开关全部设置为开状态，表示本终点有效。如果在多终点的滴定中，用户发现某终点可有可无，或者出于其他原因需要将某终点屏蔽掉时可以将某终点开关设定为“关”状态，仪器在滴定过程中将会自动跳过此终点，但不会忽略其他的终点。

7.3.8 样品体积参数

模式生成时，本参数一般设置为空白（BLANK）状态，计算浓度值时需要输入此参数(参见 8.1.3 “样品浓度”)。

7.3.9 滴定剂浓度参数

模式生成时，本参数一般设置为空白（BLANK）状态，计算浓度值

时需要输入此参数(参见 8.1.3 “样品浓度”)。

7.4 空白滴定模式

该模式适用于滴定剂消耗少的滴定体系（1mL 以下）。在此模式中，仪器每次添加体积为 0.02mL（用户可以修改此参数），用户也可设置预加体积参数，以便加快滴定速度。从而仪器自动寻找滴定终点，同样用户可以生成专用滴定模式。当用户滴定的体积量较小时，可选择空白滴定。在仪器的起始状态下，按“滴定”键，选择“空白滴定”即可进入空白滴定模式，显示如下。

空白滴定/参数设置	
mV/pH滴定 mV滴定 pH滴定	
突跃量设定 第一终点 100	
平衡电位开关: 开 大小: 0.2mV	预加体积: 0.5mL 每次添加: 0.02mL
平衡时间开关: 开 大小: 10s	结束体积: 5mL
默认设置 搅拌 开始滴定	

空白滴定模式参数设置示意图

空白滴定模式包括以下这些参数：**mV/pH 滴定参数、平衡电位开关以及大小参数、平衡时间开关以及大小参数、终点突跃量参数、预加体积参数、每次添加体积参数、结束体积参数。**

7.4.1 mV/pH 滴定参数

同预滴定模式 mV/pH 滴定参数

7.4.2 平衡电位开关以及大小参数

同预滴定模式平衡电位开关参数

7.4.3 平衡时间开关以及大小参数

同预滴定模式平衡时间开关参数

7.4.4 终点突跃量参数

同预滴定模式终点突跃量参数

7.4.5 预加体积参数

预加体积即为滴定开始后第一次添加的体积量。

7.4.6 每次添加体积参数

空白滴定模式是先添加预加体积，添加结束，此后即以相同的体积量依次添加。每次添加体积即为预加体积之后的每次添加量。

7.4.7 结束体积参数

同预滴定模式结束体积参数。

上述参数设置完毕，按“开始滴定”键即可开始空白滴定。

7.5 手动滴定模式

手动滴定模式为用户自己手动添加滴定剂、手动滴定的滴定模式。该滴定模式可帮助用户寻找滴定终点。在仪器的起始状态下，按“滴定”键，选择“手动滴定”即可进入手动滴定模式，显示如下。

手动滴定/参数设置	
mV/pH 滴定	突跃量设定
☒ mV 滴定 ☐ pH 滴定	☒ 第一终点
预加体积: 10mL	突跃量: 大 ☒ 中 ☐ 小
下次添加: 0.2mL	大小: 100
结束体积: 40mL	
默认设置	搅拌
开始滴定	

手动滴定模式参数设置示意图

同样的，**手动滴定模式**有以下这些参数：**mV/pH 滴定参数**、**预加体积参数**、**下次添加体积参数**、**终点突跃量参数**、**结束体积参数**等。

7.5.1 mV/pH 滴定参数

同预滴定模式 mV/pH 滴定参数

7.5.2 预加体积参数

同空白滴定模式预加体积参数。

7.5.3 下次添加体积参数

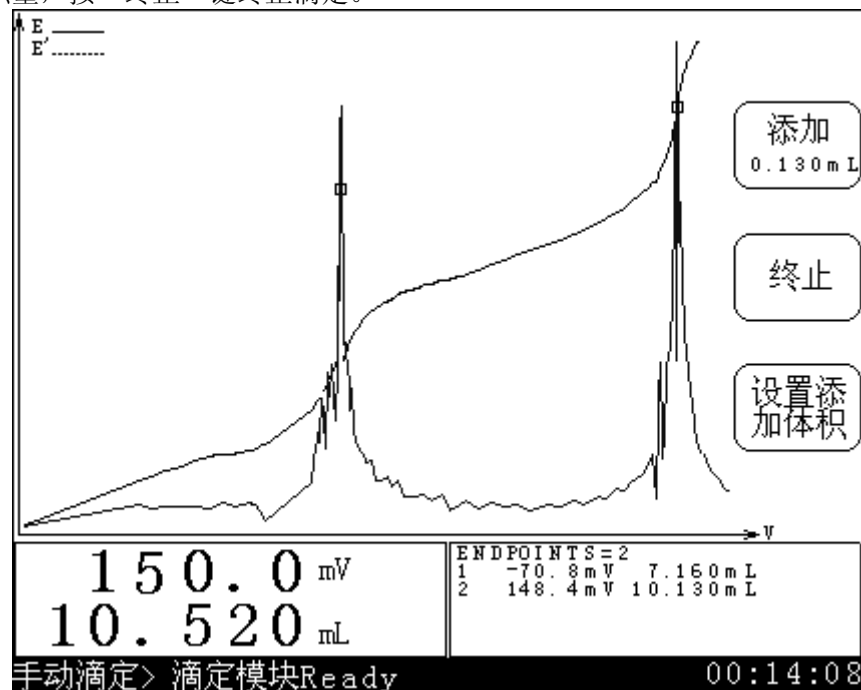
下次添加体积为本次体积添加之后，下一次的添加量，这个体积量在任何一次添加后可重新设置。

7.5.4 结束体积参数

同预滴定结束体积参数。

上述参数设置完毕，按“开始滴定”键即可开始手动滴定。仪器添加

预加体积后，会一直等待用户进一步的操作，显示如下。用户可以按“添加”键添加设定体积的滴定剂，或者按“设置添加体积”键重新设定新的体积量，按“终止”键终止滴定。



手动滴定时显示示意图

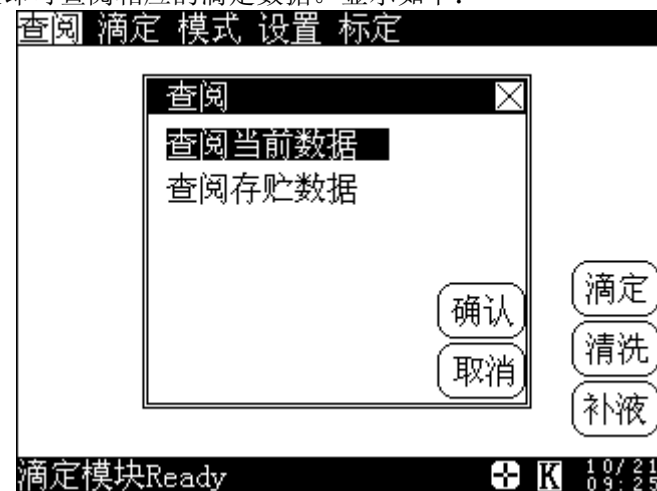
8、滴定数据的处理(包括查阅、贮存、打印和生成模式等)

仪器提供了二种查阅方式：第一，允许用户在滴定结束后，再次查阅本次的滴定数据；第二，可以查阅用户贮存起来的滴定数据。

注意：1、如果在本次滴定过程中，用户很快终止滴定导致实际记录的滴定数据量过少（小于3个）时，用户无法查阅当前的滴定数据；如果用户没有贮存滴定数据，也无法查阅贮存的数据。

2、每次滴定之后，前一次的滴定数据将自动丢失，用户无法查阅前一次的滴定数据。

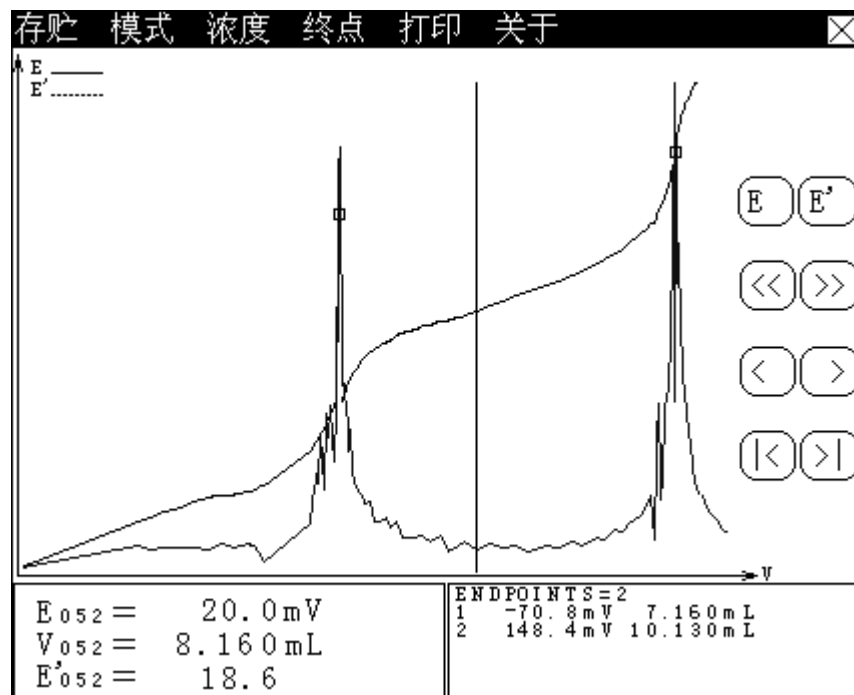
在仪器的起始状态，按菜单项“查阅”键，选择所需的查阅方式，按“确认”键即可查阅相应的滴定数据。显示如下：



选择查阅方式时的显示示意图

8.1 当前数据的处理

滴定结束后，仪器会保存本次的滴定数据，用户可以再次查阅本次的滴定结果。



查阅当前数据时的显示示意图

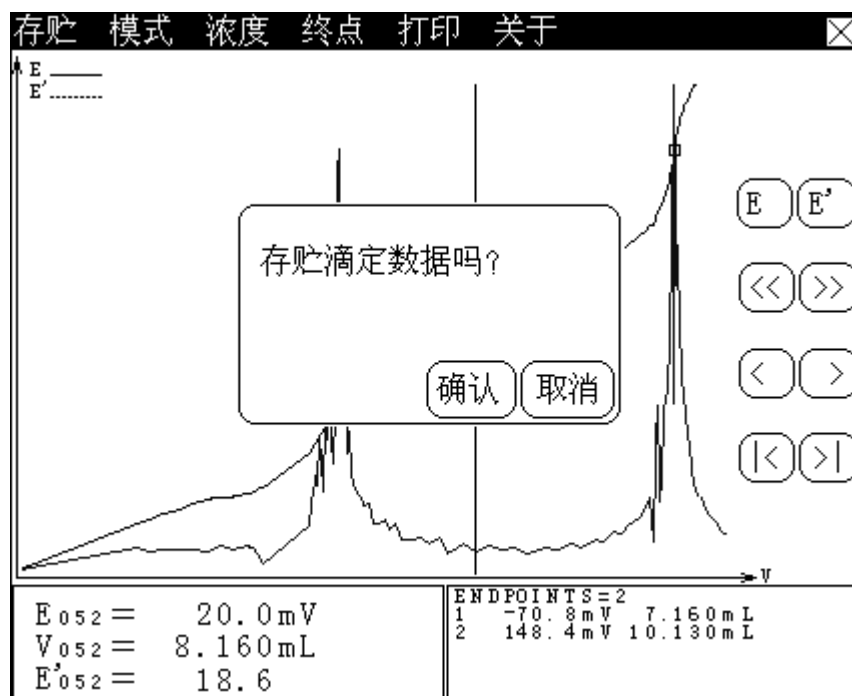
其中上面为菜单项，包括“存贮”、“模式”（如果有终点的话）、“浓度”（如果有终点的话）、“终点”、“打印”、“关于”等和“关闭”键；中间为滴定曲线区，用户可以查阅并处理滴定数据。其中垂直的直线是指示线，它移到某一位置，用户可查阅或处理该位置的滴定数据。可以通过显示屏右面的“<”、“>”、“1<”、“>1”键移动指示线，其中“<”为左移键，“>”为右左移键，“1<”为移到最左端，“>1”为移到最右端。用户也可直接按曲线显示区的某一位置，指示线则直接移到该

位置。“<<”为缩小键，按此键图形缩小。“>>”为放大键，按此键图形放大(以指示线为中心)。实曲线为电位—体积曲线。虚曲线为一次微分—体积曲线。“E”是电位—体积曲线的关闭和打开切换键。“E'”是一次—体积曲线的关闭和打开切换键。曲线上小方框图表示终点位置。左下角为指示线对应的滴定数据，包括电位、体积、微分等；右下角为终点区，显示终点数和对应终点值。

在这里，仪器允许用户存贮滴定曲线；打印滴定结果、打印滴定数据、打印滴定曲线；查阅滴定参数和滴定时间；允许用户设定终点、删除终点；如果滴定有终点的话，仪器允许用户生成专用模式并计算样品浓度值等。

8.1.1 存贮滴定数据

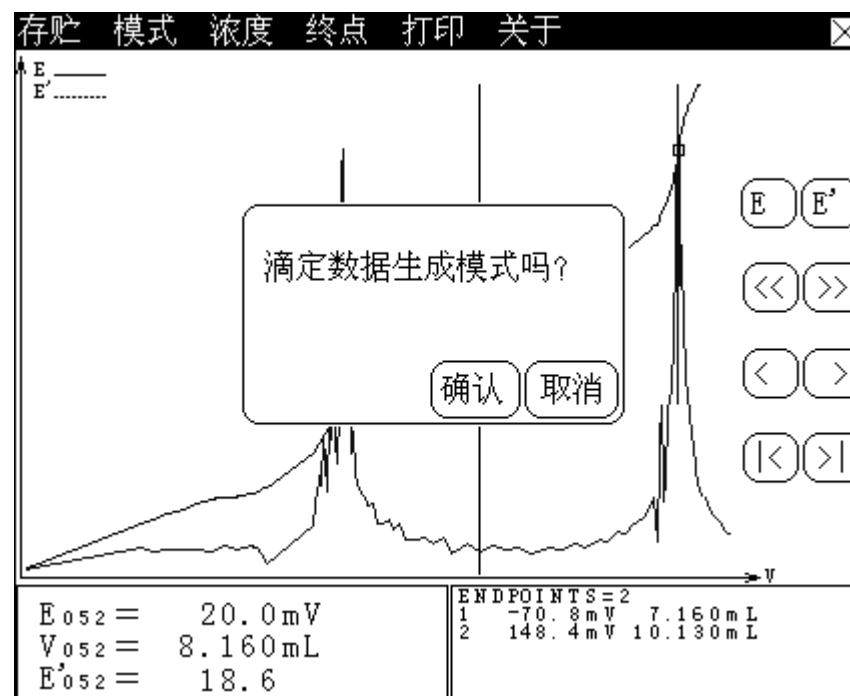
滴定结束以后，用户可以将滴定曲线存贮起来，作为分析、观察之用。在仪器的查阅状态下，按菜单项“存贮”键，并选择“存贮滴定数据”后按“确认”键，仪器提示“存贮滴定数据吗？”，显示如下，按“确认”键即可将当前滴定数据存贮起来，按“取消”键将放弃操作，返回查阅状态。。请注意：仪器只能存贮一次滴定曲线，存贮后，将自动删除上次存贮的滴定曲线。



存贮滴定曲线提示示意图

8.1.2 生成模式

预滴定结束后，如果用户需要可以生成滴定模式，有二种方法，第一可直接在查阅状态下，按菜单项“模式”键，选择“生成模式”并按“确认”键；第二可在仪器的起始状态，还没有进行下一次滴定前，按菜单项“模式”键并选择“生成模式”再按“确认”键。仪器将提示“滴定数据生成模式吗？”，显示如下，按“确认”后即可进行生成模式操作。



查阅状态下生成模式提示示意图

仪器进入模式生成后，首先需要用户输入模式的标题，显示如下：



输入模式名称时显示示意图

模式的标题可以允许用户输入一些必要的描述，下一次载入或修改时，用户能够记得这个模式名称。用户最多可以输入 20 个字符。

其中显示屏上方的方框是标题栏，下方的方框中是供用户选择的字符表。在字符表中将显示一光标，指示字符输入的位置，用户按“<”或“>”移动光标或者直接按标题框，仪器会自动计算并移动光标至相应位置。用户可以直接按字符表的字母以输入标题。

输入完毕，按“确认”键，仪器将输入的标题和由滴定得到的数据生成模式，并提示“模式存贮中...”字样，存贮结束后，用户即可在以后的模式滴定中调用此模式进行滴定。

注意：如果滴定结束后，滴定有终点，仪器会自动增加“模式”菜单项，否则仪器将不显示模式菜单项。同样的，菜单项“浓度”也会有此限制。

8.1.3 样品浓度

样品的浓度值是按照以下公式计算的：

$$C = \frac{C_S * V_{EP}}{V_0}$$

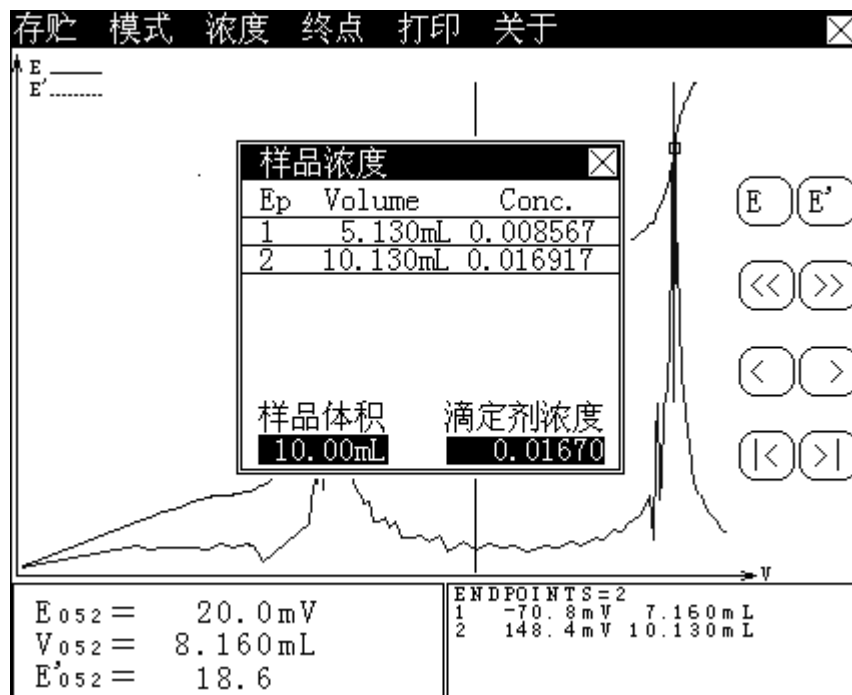
其中：C 表示样品浓度值；

C_S 表示滴定剂浓度；

V_{EP} 表示对应终点所消耗的滴定剂体积；

V_0 表示样品体积。

在查阅状态下，按菜单项“浓度”键，选择“样品浓度”并按“确认”键即可进行样品浓度的计算。显示如下：



样品浓度计算显示示意图

如果用户没有输入滴定剂浓度和样品体积，即滴定剂浓度和样品体积全部为“BLANK”（空白），则样品浓度“Conc”栏目中将显示“BLANK”（空白），否则仪器会自动按照当前终点样品体积量计算样品浓度值，显示如上图。在这里，用户可以重新设置样品体积、滴定剂浓度的大小。选择样品体积或者滴定剂浓度即可输入新的样品体积或者滴定剂浓度值。按样品浓度窗口的关闭键即可退出样品浓度计算，返回查阅状态。

8.1.4 终点的设定或修改

8.1.4.1 设定终点

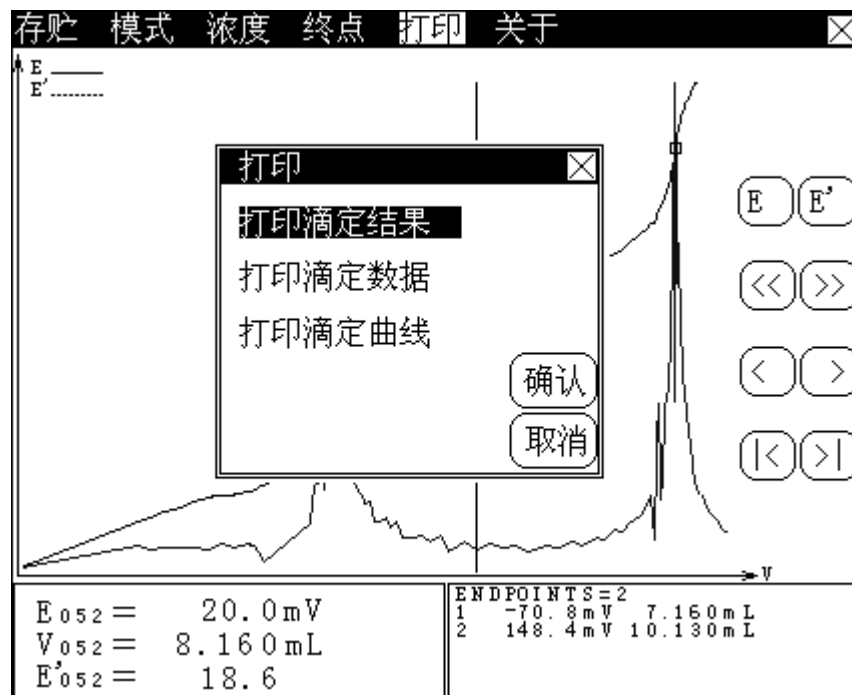
仪器允许用户根据自己的判断将某个滴定数据设定为终点，并以此得到滴定模式。方法是：用户认为曲线上某一位置是终点，可将指示线移到该位置，按“终点”键，选择“设定终点”，再按“确认”键即可。

8.1.4.2 删除终点

仪器允许用户根据自己的判断将某个终点删除掉。方法是：用户需删除某一终点，可将指示线移到该位置，按“终点”键，选择“删除终点”，再按“确认”键即可。

8.1.5 打印

滴定结束后，如果用户需要打印滴定结果、滴定数据、滴定曲线，则按查阅键后，按菜单项“打印”键，显示如下，选择需要打印的内容，打开打印机电源，仪器即可打印相应内容。



打印选择显示示意图

注意：在打印以前，用户需正确设置好打印机的型号，通讯波特率等参数，正确连接打印机连线（详见“设置打印机”章节）。

8.1.5.1 打印滴定结果

仪器会将本次滴定的名称、滴定时间、滴定参数、滴定结果等一一打印出来。

8.1.5.2 打印滴定数据

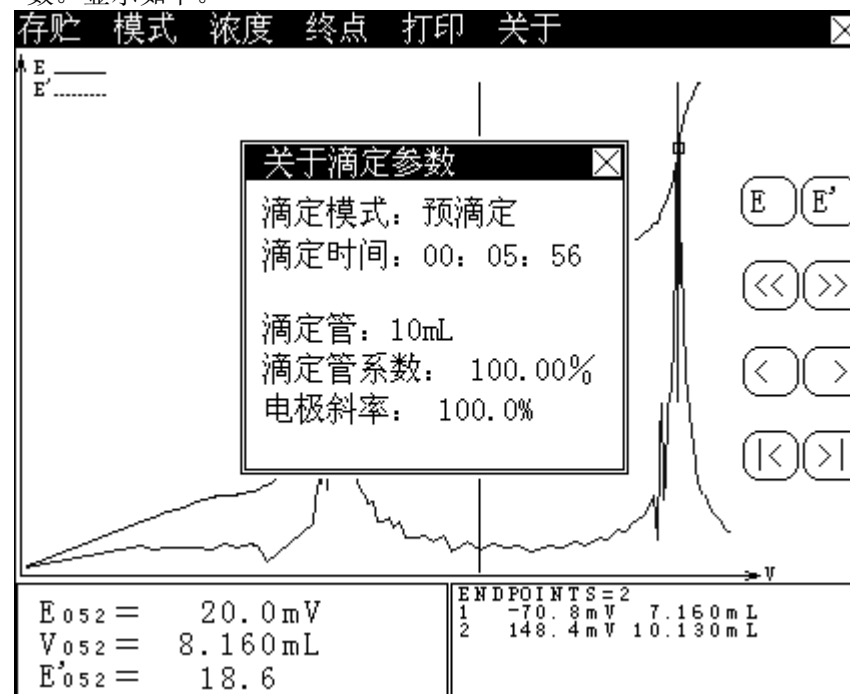
仪器将打印所有的滴定数据。

8.1.5.3 打印滴定曲线

仪器将按照滴定曲线图，打印滴定曲线。

8.1.6 关于

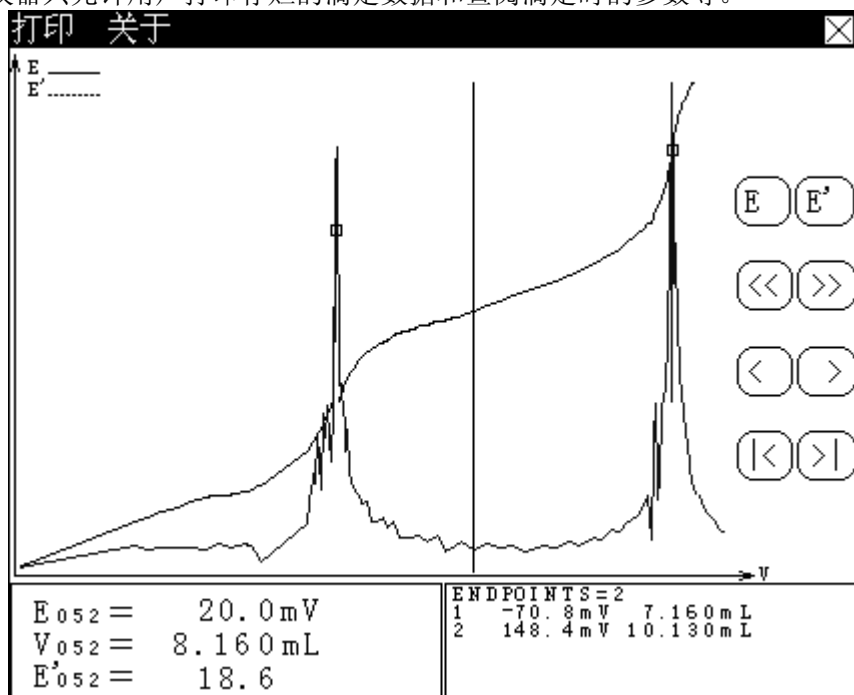
滴定结束后，仪器自动保存当前滴定所使用的一些参数，包括本次滴定名称、总滴定时间、使用的滴定管类型、滴定管系数以及电极斜率等参数。用户可以按菜单项“关于”键并按“确认”键即可查阅滴定参数。显示如下。



关于滴定参数显示示意图

8.2 查阅和打印存贮数据

在仪器的起始状态下，按菜单项“查阅”键并选择“查阅存贮数据”，按“确认”键即可查阅存贮的滴定数据，显示如下。在查阅存贮数据时，仪器只允许用户打印存贮的滴定数据和查阅滴定时的参数等。



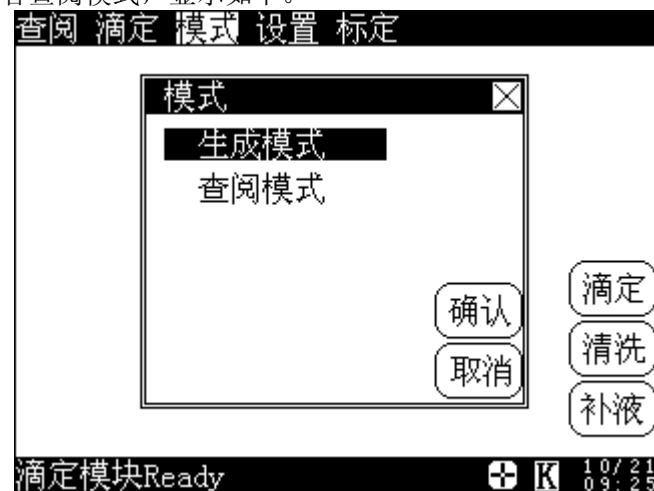
查阅存贮数据时的显示示意图

同查阅当前滴定数据时“打印”功能一样，仪器允许用户选择“打印滴定结果”、“打印滴定数据”或打印滴定曲线”，按菜单项“打印”键并选择所需操作即可打印出来。

同查阅当前滴定数据时“关于”功能一样，用户可以查阅本滴定的滴定名称、滴定时间、滴定管、滴定管系数、以及电极斜率等。

9、模式

仪器提供了二种模式功能：第一，生成模式功能；第二，查阅、编辑模式参数功能。在仪器的起始状态，按菜单项上的“模式”键，即可选择生成模式或者查阅模式，显示如下。



模式功能选择示意图

9.1 生成模式

预滴定结束后，如果用户可以生成滴定模式，具体操作见 8.1.2 生成模式章节。

9.2 查阅模式

用户可以查阅自己生成的模式和仪器提供的系统模式，查阅并修改

相关的参数。在仪器的起始状态下，按菜单项“查阅”键并选择“查阅模式”，再按“确认”键即可查阅模式，显示如下。

另存 删除 滴定 搅拌 标定	
选择模式01/02	模式 HCl---> NaOH(0.1)
01 HCl---> NaOH(0.1)	pH滴定
02 K ₂ Cr ₂ O ₇ ---> Fe ²⁺ (0.1)	终点数:1
	2003/06/15 00:00:00
	第一终点
	样品体积
	10.0mL
	终点: 7.00pH
	延时时间: 10s
	滴定剂
	浓度
	0.1000
上页	下页

查阅模式时的显示示意图

其中，图示左面为总模式数和当前选中的模式，图中表示总共有 2 个模式，当前选中了 1 号模式；下面有“上页”、“下页”按键可以翻页显示模式。图示右面为选中模式对应的参数，包括**模式名称**、**mV/pH 滴定**、**终点数**、**存贮时间**、**各终点对应终点值**、**延时时间**、**终点开关**以及**样品体积**、**滴定剂浓度**等参数。

在当前页内，用户可以直接选择模式，否则可以按“上页”、“下页”键显示其余模式。

具体各模式参数所表示的意思可见 7.3 模式滴定章节。用户可以按照实际需要，选择并修改参数。**注意：仪器提供的系统模式参数用户无法修改。**

在查阅模式时，仪器允许用户将模式另存（复制）、删除，当然也允许用户进行模式滴定。故此，在查阅模式时也允许用户设置搅拌速度、标定电极斜率。

9.2.1 模式的另存

为了用户研究或者其他目的的需要，可以将模式复制而生成另一个模式。在查阅模式时，按“另存”键，仪器提示“当前模式另存吗？”，显示如下。按“确认”键，并修改或者输入新的模式名称，仪器即会自动将当前模式复制。

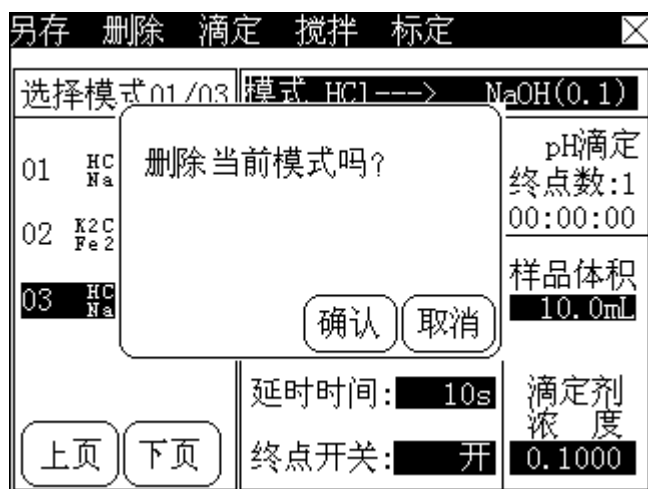
另存 删除 滴定 搅拌 标定	
选择模式01/02	模式 HCl---> NaOH(0.1)
01 HCl---> NaOH(0.1)	pH滴定
02 K ₂ Cr ₂ O ₇ ---> Fe ²⁺ (0.1)	终点数:1
	00:00:00
	样品体积
	10.0mL
	延时时间: 10s
	滴定剂
	浓度
	0.1000
上页	下页

当前模式另存吗？
确认 取消

模式另存时仪器提示示意图

9.2.2 模式的删除

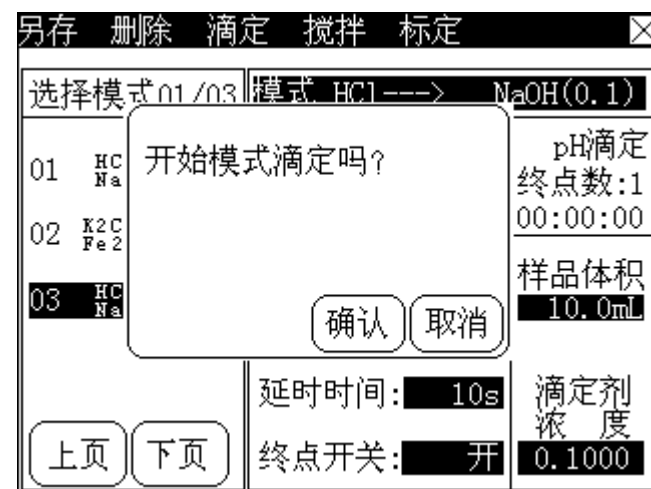
用户如果发现某些模式没有用时，可以选择删除此模式。在查阅模式时，按“删除”键，仪器提示“删除当前模式吗？”，显示如下。按“确认”键，仪器即可删除此模式。



删除模式时仪器提示示意图

9.2.3 模式滴定

用户按照自己所需，选择适当的模式，按“滴定”键，仪器提示“开始模式滴定吗？”，按“确认”键即可正式开始模式滴定。



开始模式滴定时仪器提示示意图

9.2.4 设置搅拌速度

按“搅拌”键，仪器提示“设置搅拌速度吗？”，即可设置搅拌器的速度，具体参见 10.1 设置搅拌速度章节。

9.2.5 标定电极斜率

按“标定”键，仪器提示“标定电极斜率吗？”，即可重新标定电极斜率，具体参见 11 电极标定章节。

10、仪器的系统参数设置

仪器的系统参数包括搅拌器速度、系统时间、打印机类型、滴定管、滴定管系数等。

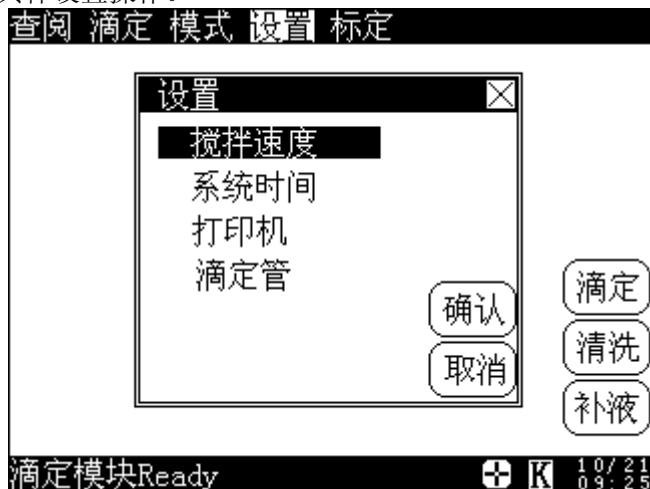
注意：滴定管、滴定管系数、打印机类型、系统日期和时间等参数用户必须设置正确。



仪器具有断电保护功能，即当用户设置好各参数后，在仪器使用完毕关机后或非正常断电情况下，所有设置的参数不会丢失。

为了确保用户正确、更好地使用仪器，用户第一次使用时，必须检查一遍仪器所设置的参数是否符合自己的使用条件，若不符合，就必须重新设置所需的参数，以确保仪器正确的工作。平常使用时，用户如果发现某些使用条件或日期、时间有误时，需重新设置相应的参数。

在仪器的起始状态下，按菜单项“设置”键，显示如下，选择相应设置项即可设置对应的仪器参数。设置完成后，仪器返回起始状态。以下为各参数的具体设置操作。



仪器参数设置选择示意图

10.1 设置搅拌速度

在仪器的起始状态下，按菜单项“设置”键，选择“搅拌速度”，按“确认”键即可设置搅拌器的搅拌速度。显示如下：



起始状态下设置搅拌速度显示示意图

其中，设置窗口上“启动”（或“停止”）按钮用来启动（或者关闭）搅拌器，滑动条以及显示的搅拌速度对应当前搅拌器的实际速度值，用户直接按滑动条或者按“<”、“>”键即可设置搅拌器的速度，设置完毕，按右上角的“关闭”键，返回仪器起始状态。

10.2 设置系统时间

在仪器的起始状态下，按菜单项“设置”键，选择“系统时间”，按“确认”键即可设置仪器的日期、时间参数。显示如下：



系统时间显示示意图

其中，设置系统时间窗口左上角为当前仪器的日期和时间，左下角六个按键分别对应年、月、日、时、分、秒。假定用户需要修改当前的月份，则可按下面方法操作：按一下“月”键，仪器会反显月份，并停止计时，旁边显示“输入”“设置”按键，显示如下。



设置系统时间显示示意图

用户按“月”键可依次增加月份，或者按“输入”键直接输入月份，输入完毕按“设置”键即可。同样道理，其他时间也可类似设置。

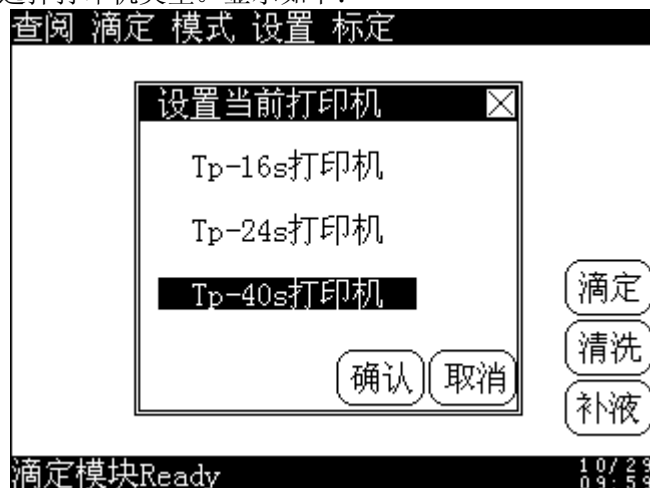
10.3 设置打印机

仪器采用 RS-232 作为输出口。因此，用户打印滴定结果、滴定数据、滴定曲线时，必须选购串行打印机。仪器允许用户选择 TP-16 型、TP-24 型或 TP-40 型（即分别为每行打印 16 字符、24 字符、40 字符）的串行打印机。由于打印机行宽的不同，不同的打印机其打印格式会有明显的不同。仪器推荐用户选购使用 TP-40 型串行打印机。



串行打印机的波特率一律设置成 9600bps，8 位数据位，无奇偶校验。握手方式选择为标志方式，即 K4=ON。

在仪器的起始状态下，按菜单项“设置”键，选择“打印机”，按“确认”键即可选择打印机类型。显示如下：



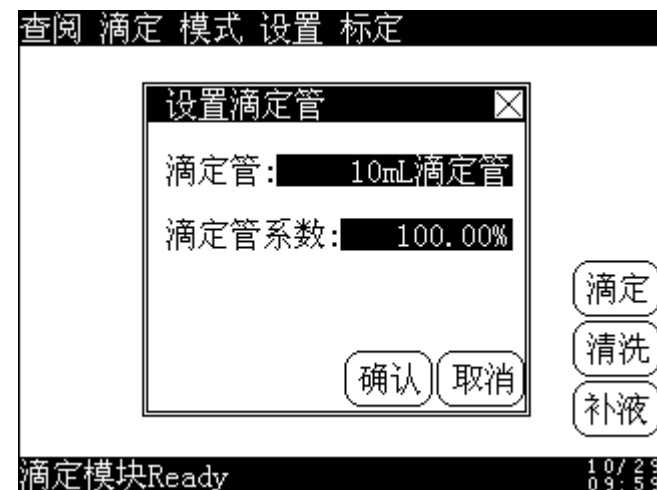
设置打印机类型显示示意图

用户按实际连接的打印机选择即可，选择完毕按“确认”键返回仪器的起始状态。

10.4 设置滴定管

仪器提供两种类型的滴定管，即 10ml 和 20ml 滴定管，使用什么样的滴定管就必须设置什么样的滴定管，否则将直接导致仪器不能正确滴定，望用户注意。

在仪器的起始状态下，按菜单项“设置”键，选择“滴定管”，按“确认”键即可设置滴定管类型和滴定管系数。显示如下。每支滴定管都标有滴定管系数。用户必须正确设置，否则将直接影响滴定结果。



设置滴定管和滴定管系数显示示意图

设置滴定管或者滴定管系数比较简单，用户直接选择“10mL 滴定管”（或者“20mL 滴定管”）即可交替选择所需滴定管。选择好滴定管以后，选择滴定管系数，输入滴定管标示的滴定管系数值即可，设置完毕，按“确认”键返回仪器的起始状态。

11、电极标定

在各种 pH 滴定模式开始滴定前也可以进行电极斜率的标定。

如果用户需要进行二点标定，则事先须准备二种标准缓冲溶液，如果只需一点标定，则只要准备一种标准缓冲溶液。**标准缓冲溶液的具体制备见附录。**

11.1 一点标定

一点标定含义是只采用一种 pH 标准缓冲溶液对电极系统进行标定，用于自动校准仪器的定位值。仪器把 pH 复合电极的百分斜率作为 100%，

在测量精度要求不高的情况下，可采用此方法，简化操作。操作步骤如下：

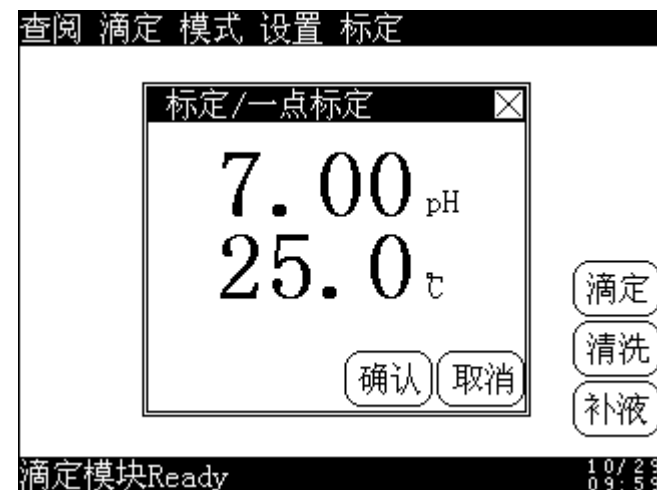
a 将 pH 复合电极及温度电极插入测量模块的测量电极插座内，并将该电极用蒸馏水清洗干净，放入 pH 标准缓冲溶液 B 中（规定的三种 pH 标准缓冲溶液中的任意一种）。

b 在仪器的起始状态下，按菜单项“标定”键，仪器显示如下，



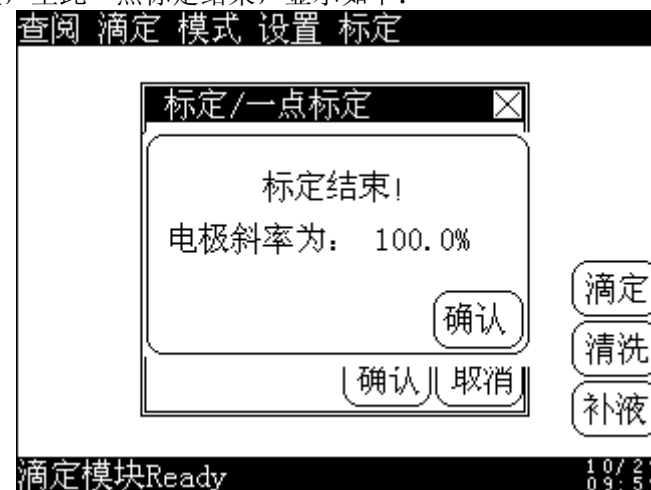
菜单项标定显示示意图

按“确认”键，仪器即进入一点标定工作状态，此时，仪器显示当前测得的 pH 值和温度值。如图：



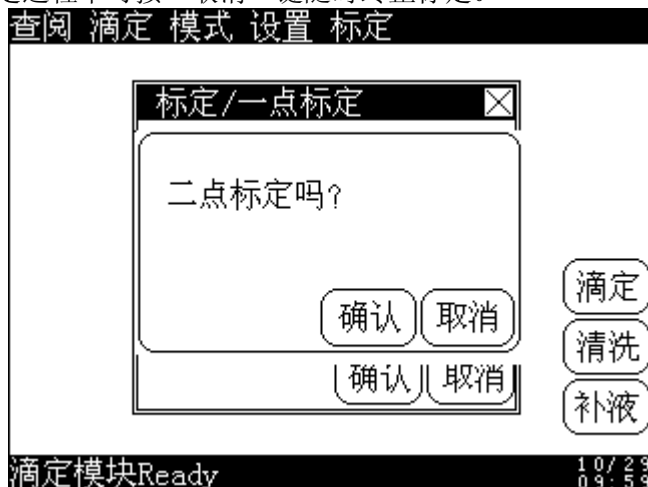
起始状态下一点标定显示示意图

c 当显示的 pH 值读数趋于稳定后，按“确认”键，仪器显示电极的百分斜率值，至此一点标定结束，显示如下：



起始状态下一点标定结束斜率显示示意图

按“确认”键，仪器提示用户是否进行二点标定，显示如下，按“确认”键进行二点标定，按“取消”键，则标定结束，仪器返回起始状态。用户在标定过程中可按“取消”键随时终止标定。



是否进行二点标定显示示意图

11.2 二点标定

二点标定是为了提高 pH 的测量精度。其含义是选用二种 pH 标准缓冲溶液对电极系统进行标定，测得 pH 复合电极的实际百分斜率和定位值。操作步骤如下：

a 在完成一点标定后，提示是否进行二点标定时，按“确认”键，使仪器进入二点标定工作状态。将电极取出重新用蒸馏水清洗干净，放入 pH 标准缓冲溶液 C 中。仪器显示当前的 pH 值和温度值，如图。



起始状态下二点标定显示示意图

b 当显示的 pH 值读数趋于稳定后，按下“确认”键，仪器显示“标定结束！”以及标定好的电极斜率值，说明仪器已完成二点标定。至此标定结束。按“确认”键退出标定模块。用户在标定过程中可按“取消”键随时终止标定。

12、pH 测量

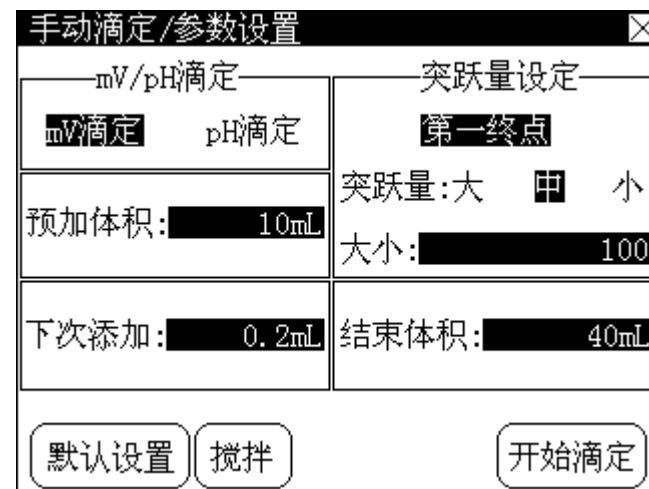
在仪器的起始状态下，如果当前显示的是电位值和温度值，则可直接按电位和温度显示区，仪器即切换到 pH 显示状态，同样，再按一下显示区，仪器又回到电位显示状态。如图。



起始状态 pH 显示示意图

13、滴定管系数的标定

在仪器的起始状态下，先将滴定管清洗多次，使蒸馏水充满整个管路（不能有气泡）。然后设置好滴定管并将滴定管系数设置为 100.00%（具体设置见 ）。取一只干净称量瓶，先用万分之一天平称空瓶重量，再将滴液管伸入称量瓶内，按“滴定”键进入滴定模式选择，移动高亮条至“手动滴定”，然后按“确认”键即可进入手动滴定模式。在手动滴定参数时，选择 mV 手动滴定，如果是 10mL 滴定管，则将预加体积设置为“10mL”，如果是 20mL 滴定管，则应将预加体积设置为“20mL”，（并保证结束体积大于预加体积），显示如图：



手动滴定参数设置示意图

设置完毕，按“开始滴定”键，仪器即一次把满滴定管蒸馏水推入称量瓶内，再用天平称量。按下式计算出滴定管系数。

$$f = \frac{g_2 - g_1}{d * V_0} \times 100\%$$

式中：f.....滴定管系数；

g_1空瓶重量；

g_2加液后的称量瓶重量；

d水的密度；

V_0滴定管满度的体积。

五、 仪器的维护与维修

1 维护

- 仪器的插座必须保持清洁、干燥，切忌与酸、碱、盐溶液接触，防止受潮，以确保仪器绝缘和高输入阻抗性能。仪器不用时，将 Q9 短路插头插入测量电极的插座内，防止灰尘及水汽浸入。在环境湿度较高的场所使用时，应把电极插头用干净纱布擦干。
- 整个滴定管最好经常用蒸馏水清洗，特别是会产生沉淀或结晶的滴定剂（如 AgNO_3 ），在使用完毕后应及时清洗，以免破坏阀门。
- 在用高氯酸冰乙酸作滴定剂时，应保持环境温度不低于 16°C ，否则会产生结晶，损坏阀门。

2 常见故障排除

见表 1

六、 仪器的成套性

- | | |
|-------------------------|-----|
| 1 ZDJ-5 型自动滴定仪控制单元 | 1 台 |
| 2 ZDJ-5 型自动滴定仪容量滴定和测量单元 | 1 台 |
| 3 T-818-B-6 型温度传感器 | 1 支 |
| 4 E-201-C-9 型 pH 复合电极 | 1 支 |
| 5 附件一套，以随机装箱单为准 | |

七、 附录

1. pH 标准缓冲液 A(pH4.00, 25°C)

称取先在 $110^\circ\text{C} \sim 130^\circ\text{C}$ 干燥 2~3 小时的邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 10.12g，溶于去离子水中并在容量瓶中稀释至 1L。

2. pH 标准缓冲液 B(pH6.86, 25°C)

分别称取先在 $110^\circ\text{C} \sim 130^\circ\text{C}$ 干燥 2~3 小时的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 3.388g 和磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4) 3.533g，溶于去离子水中并在容量瓶中稀释至 1L。

3. pH 标准缓冲液 C(pH9.18, 25°C)

为了使晶体具有一定的组成，应称取与饱和溴化钠(或氯化钠加蔗糖)溶液(室温)共同放置在干燥器中平衡两昼夜的硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 3.80g，溶于去离子水中并在容量瓶中稀释至 1L。

表 1

现象	故障原因	排除方法
开机没有显示	a. 没有电源 b. 保险丝坏 c. 控制单元与容量滴定单元连接不良	a. 检查电源 b. 更换同一型号保险丝 c. 检查控制单元与容量滴定单元连接
开机后显示连接失败	a. 单元之间连接不正确 b. 仪器偶尔复位不良	a. 按第四章仪器使用中 1.2 检查连接线 b. 关机，等待 30 秒后再重新开机。
MV 测量不正确	a. 电极性能不好 b. 另一电极接口短路不好	a. 更换好的电极。 b. 更换 Q9 短路插头。
PH 测量不正确	a. 同上 b. 同上	a. 同上 b. 同上
打印机不打印或不正确	a. 打印机电源没接 b. 打印线没连接 c. 打印机设置错误 d. 打印机选择错误	a. 连接打印机电源 b. 连接好打印机连线 c. 按 10.3 节设置正确的打印机型号 d. 更换打印机
预滴定找不到终点	a. 终点突跃太小 b. 滴定剂或样品错误 c. 终点体积较小 d. 电极选择错误	a. 按 7.1.5 将突跃设置为“小”。 b. 更换滴定剂或正确取样。 c. 改用“空白滴定”模式 d. 正确选择电极
预滴定找到假终点	预滴定参数设置不合适	按 7.1.5 将突跃设置为“大”。
模式滴定错误 a. 找到假终点 b. 找不到终点	a. 预滴定找到假终点 b. 模式选择错误	a. 按 7.3.7 将假终点关闭 b. 选择正确的滴定模式
预设终点滴定错误 a. 二个以上终点时，参数设置完毕后，无法进行滴定 b. 滴定时，显示“预控点设置错误”	a. 参数设置错误 b. 参数设置错误	a. 按 7.2.3 重新设置正确的参数 b. 按 7.2.3 重新设置正确的预控点
搅拌器不转	a. 搅拌器没连接 b. 搅拌设置错误	a. 按第四章仪器使用中 1.2e 连接好搅拌器。 b. 按 10.1 加快搅拌速度。

	c. 搅拌器坏 d. 溶液杯内没放搅拌珠	c. 更换搅拌器。 d. 放置搅拌珠
输液管有气泡	输液管接口漏液	按第四章仪器使用中 1.1 c 安装好输液管
机械动作不正常	滴定管安装不正确	按第四章仪器使用中 1.1 b 安装好滴定管
电极标定错误	a. pH 电极性能差 b. 缓冲液配制错误	a. 更换 pH 电极 b. 重新配制缓冲液

