

友情提示

- 请在使用本仪器前，详细阅读 ZDJ-5B 型自动滴定仪说明书以及 ZDJ-5B-T 型自动滴定仪说明书。
- 本说明书仅针对温度滴定的相关安装、操作说明，相当部分内容与 ZDJ-5B 型自动滴定仪说明书重复。
- 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。
- 所使用电极的保质期参见电极的使用说明书，超过保质期后，不管是否使用过，其性能都会受到影响，应及时更换。

目 录

1	ZDJ-5B-T 型自动滴定仪的安装	
1.1	开箱.....	3
1.2	仪器结构.....	3
1.3	仪器安装.....	7
1.3.1	辅滴定单元的安装.....	7
1.3.2	滴定管装置及阀安装.....	8
1.3.3	电极架及滴定杯安装.....	9
1.3.4	安装滴定管装置及阀门.....	9
1.3.5	安装电极架及滴定杯.....	10
1.3.6	连接输液管.....	10
1.3.7	仪器日常使用.....	11
1.3.8	打印机连接线的安装.....	12
1.3.9	电极的安装.....	12
1.3.9.1	温度测量电极的安装.....	12
1.3.9.2	其他电极的安装.....	12
1.3.10	上搅拌器的安装.....	12
2	ZDJ-5B-T 型自动滴定仪操作指南	13
2.1	简介.....	13
2.1.1	自动滴定仪的特点.....	14
2.1.2	自动滴定仪的主要技术性能.....	16
2.2	开机和按键.....	18

2.3 用户登录和起始界面.....	18
2.4 仪器操作	21
2.4.1 清洗、补液.....	21
2.4.2 设置搅拌器.....	22
2.4.3 查阅测量单元 2.....	24
2.4.4 设置滴定管、滴定管系数.....	25
2.5 滴定	26
2.5.1 滴定开始前的准备.....	26
2.5.2 开始滴定的几种方法.....	26
2.5.3 等量滴定方法滴定.....	27
2.5.3.1 等量滴定方法参数.....	28
2.5.3.2 开始等量滴定方法滴定.....	32
2.5.3.3 等量滴定方法结束后的操作.....	33
2.5.4 用户自己创建滴定方法的滴定.....	33
2.5.5 系统的空白值.....	33
2.5.5.1 系统的空白值.....	33
2.5.5.2 空白值的校正.....	33
2.5.6 查阅上次滴定结果.....	35
2.5.7 滴定结束对数据的重新处理.....	37

ZDJ-5B 型自动滴定仪的安装

1.1 开箱

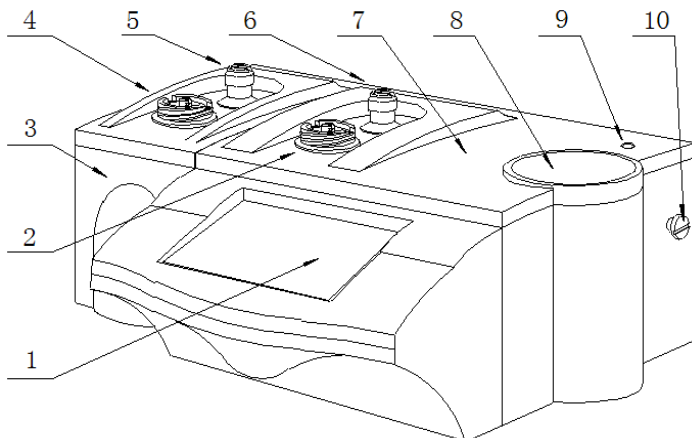
在滴定仪装运包装箱中可找到以下部件：

- | | |
|--------------------|-----|
| 1. ZDJ-5B-T 型自动滴定仪 | 1 台 |
| 2. 电极支架 | 1 只 |
| 3. 滴定装置阀门 | 1 套 |
| 4. 附件 | 1 套 |

附件以装箱单为准

1.2 仪器结构

1.2.1 仪器正面图

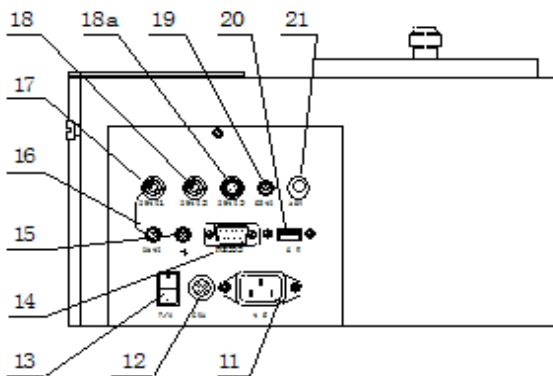


仪器正面示意图（图 1）

1. 触摸显示屏
2. 主滴定单元滴定管固定座

3. 辅滴定单元
4. 辅滴定单元滴定管固定座
5. 辅滴定单元阀门转向槽
6. 主滴定单元阀门转向槽
7. 主机
8. 下搅拌器
9. 电极架固定孔
10. 电极架定位螺钉

1.2.2 仪器后面板

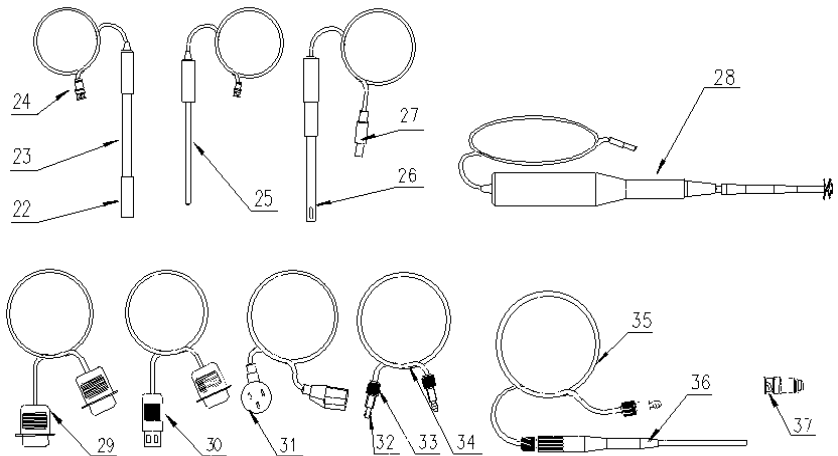


仪器后面示意图 (图 2)

11. 电源插座
12. 保险丝座
13. 电源开关
14. RS-232 通讯口
15. 接地接线柱

- 16. 参比电极接线柱
- 17. 测量电极 1 插口 (电位电极插口)
- 18. 测量电极 2 插口 (电位电极插口)
- 18a. 测量电极 3 插口 (T818 温度电极插口)
- 19. 温度电极插座
- 20. USB 通讯口
- 21. 上搅拌器插口

1.2.3 仪器配件



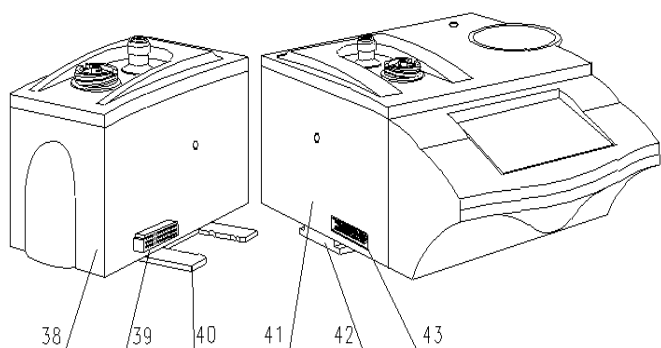
仪器附件示意图(图 3)

- 22. 电极护套
- 23. E-201-C 型 pH 复合电极
- 24. Q9 电极插头
- 25. T-818-B-6 型温度电极 (作为检测溶液温度的电极)
- 26. T-828 温度测量电极 (作为温度滴定电极)
- 27. 2 芯插头

28. 上搅拌器（选配件）
29. RS-232 打印机连线
30. USB 通讯连线
31. 国际通用电源线
32. 夹管衬套（输液管与螺纹端面密封）
33. 夹管螺钉
34. 输液管
35. 输液管
36. 滴液管及输液管
37. Q9 短路插头

1.3 仪器安装

打开包装，取出滴定仪、电极支架以及相关附件。



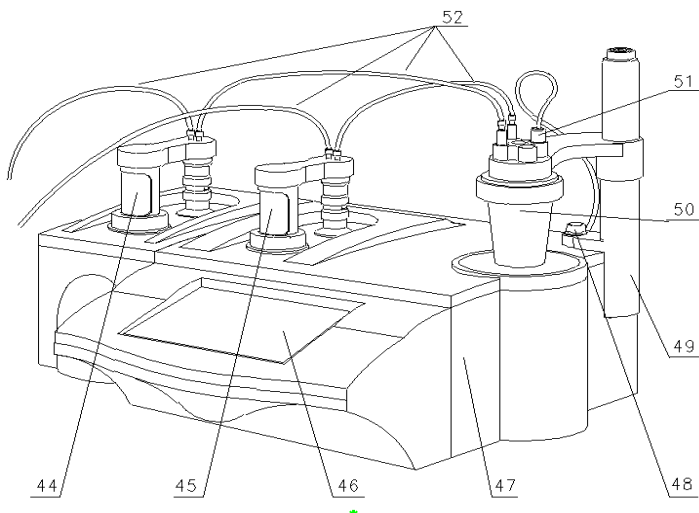
仪器主机与辅滴定单元示意图(图 4)

38. 辅滴定单元
39. 与主机相连的连接口
40. 安装固定板

41. 主机
42. 安装固定座
43. 与辅滴定单元相连的接口

1.3.1 辅滴定单元的安裝

将辅滴定单元的安装固定板（35）对准主机上安装固定座（38）并插入安装固定座（38）使辅滴定单元和主机靠紧，并使连接器（34）与（38）接触良好。

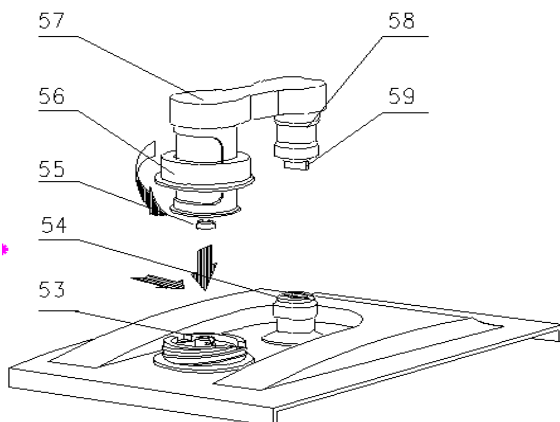


滴定仪管道连接示意图(图 5)

44. 辅滴定单元的滴定管及阀
45. 主机的滴定管及阀
46. 主机显示屏
47. 主机

- 48. 电极架固定螺钉
- 49. 电极架
- 50. 滴定杯
- 51. 电极安装口
- 52. 滴定管道

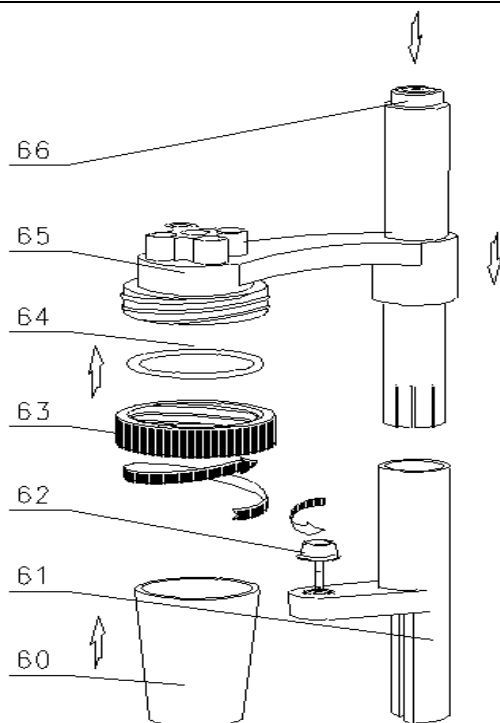
1.3.2 滴定管装置及阀安装



滴定管装置以及阀门安装示意图(图6)

- 53. 顶杆
- 54. 阀门转杆（安装时上下配合）
- 55. 活塞杆头（安装时要配合）
- 56. 滴定装置紧固螺母
- 57. 阀及滴定管连接板
- 58. 阀门阀体
- 59. 阀门转向凸轴

1.3.3 电极架及滴定杯安装



电极架以及滴定杯安装示意图(图 7)

- 60. 溶液杯
- 61. 电极架固定座
- 62. 电极架固定螺钉
- 63. 溶液杯固定螺帽
- 64. 硅橡胶圈
- 65. 电极架
- 66. 按钮（按下时可调节高度）

1.3.4 安装滴定管装置及阀门

将主机(7)放在试验台上,按(图6)安装滴定管及阀门,

安装时注意活塞杆头与主机上顶杆的倒 T 形槽相配合、由于本滴定装置与阀门是连为一体的因此还要兼顾阀门转向凸轴

(54) 与 (图 1) 中主机上阀门转向槽 (6) 相扣, 然后向下按在确认左右没有转动时旋紧滴定装置紧固螺母 (56) 即可。

1.3.5 安装电极架及滴定杯

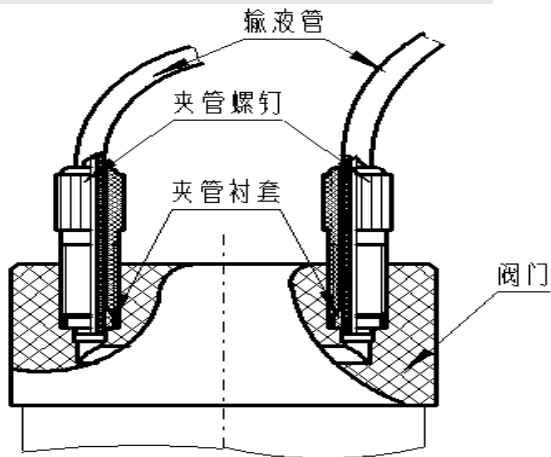
先按 (图 1) 与 (图 7) 所示, 把电极架固定座 (49) 的底部内侧 T 形槽对准主机右侧面的电极架定位螺钉 (10) 按下, 然后拧紧固定螺钉 (48) 固定好电极架, 平常在检测时和更换被滴溶液时按下按钮 (66) 可调节滴定杯的高度和左右角度; 再按 (图 7) 所示将硅橡胶圈 (64) 放在溶液杯固定螺帽 (63) 内圈并旋在电极架 (65) 的外螺母上 2 至 3 圈, 在溶液杯 (60) 中放入搅拌珠从下往上至顶部然后拧紧固定螺帽 (63)。

1.3.6 连接输液管

按 (图 8) 所示, 滴定管装置及阀门上有 2 个螺纹孔 (面对主机); 左边的一个为滴定管进液口; 右面的一个为滴定管输出口。然后按图所示分别 1. 将输液管 (34) 长的一根 (只有单个夹管螺钉) 与阀门上方左面螺纹孔连接另一头插入贮液瓶; 2. 再将输液管短的一根 (两头都有夹管螺钉的), 一头连接阀门上方右面螺纹孔; 另一头与出厂附件中的滴定毛细管连接好, 连接之后按图插入电极架的一个小孔中。3. 将输液管 (34) 放入贮液瓶的底部。

注意: 先检查阀门的螺孔内是否有异物, 再将夹管衬套 (32)

夹管螺钉（33）与阀门的螺孔拼紧，不得有液体及气体泄漏现象，否则会影响仪器检测的精度。如图所示。



输液管连接示意图（图8）

1.3.7 仪器的日常使用

仪器在滴定时，要更换溶液，就要装拆溶液杯，如上图（示图7）所示，先将按钮（66）放松，将整个溶液杯装置抬高并旋转至主机外侧位子，手托住溶液杯（60），旋转放松溶液杯固定螺帽（63），拿出溶液杯（60），倒掉溶液杯中的溶液，清洗数次，在溶液杯（60）中倒入被测溶液，然后将溶液杯（60）按（1.3.3 安装电极架及滴定杯）安装好，拧紧大螺帽（63），按下按钮将溶液杯装置下移并转至下搅拌器（8）的中心，使溶液杯（60）杯底接触搅拌器（8）表面，最后放松按钮（66）。
注意：搅拌珠也必须一起清洗，同时搅拌珠必须放在溶液杯（60）的杯底。

1.3.8 打印机连接线的安装

将串行打印机连线或 RS-232 连线（29）插入后面板的 RS232 插座（14）内；将国际通用电源线（31）插入电源插座（11）内；拧下保险丝座（12）上的保险丝盖，装入备件中的保险丝 $\Phi 5 \times 20$ （3A），然后拧紧保险丝盖（仪器出厂前已装好保险丝）。

1.3.9 电极的安装

1.3.9.1 温度测量电极的安装

将温度电极的插头插入测量电极 3 插口（18a）将电极通过电极架插入滴定杯（见 1.3.3）并调节至合适的高度。（使溶液浸没发光和接收器件，并使电极下端不碰到搅拌珠）

1.3.9.2 其他电极安装

参见 ZDJ-5B 自动滴定仪说明书（电位部分）。

1.3.10 上搅拌器安装

温度滴定需要使用上搅拌器。将上搅拌器的插头插入后面板的“上搅拌器插口（21）”，再将上搅拌器的旋转叶片拧下，将其穿过电极架的中心安装孔，然后将叶片拧上，并伸入保温滴定杯的中心支架。

2 ZDJ-5B-T 型自动滴定仪操作指南

2.1 简介

本滴定仪包含有电位测量单元、温度测量单元，使用前，请确保已阅读 ZDJ-5B 型自动滴定仪说明书（电位部分）以及 ZDJ-5B 型自动滴定仪说明书（温度滴定部分）的安装指南和操作指南。

使用滴定仪时注意的问题有：

- 必须有良好的接地。
- 防止腐蚀性气体侵入。
- 仪器的接口必须保持清洁、干燥，切忌与酸、碱、盐溶液接触。
- 仪器可供长期稳定使用。测试样品后，所用电位电极应浸放在蒸馏水中。
- 滴定仪属于高精度的测量仪器，为了避免仪器的高阻器件受到损坏，当仪器不连接测量电极时，应将随机提供的 Q9 短路插头插入测量电极插座上。当仪器连接电极时，必须将短路插头放置在干燥、干净的环境，防止短路插头受潮，再次使用时影响仪器性能，甚至损坏仪器。
- 当滴定仪长时间不使用时，用户必须用蒸馏水将滴定管清洗干净，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，以免损坏阀门，给您带来不必要的损失。

2.1.1 ZDJ-5B-T 型自动滴定仪的特点

ZDJ-5B-T 型自动滴定仪是在原来 ZDJ-5 型的基础上推出的新型产品，仪器主要有以下特点：

- 仪器采用全新微处理器技术使用 7”TFT 触摸屏，达 65k 色；支持简单的滑动操作。
- 仪器采用阀门滴定管一体化设计，用户可以直接更换，减小了不同滴定时采用不同溶液的相互干扰问题，仪器支持 10mL、20mL 多种滴定管。
- 仪器对传动系统进行了改进，大大缩小了仪器的体积，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。
- 仪器支持上搅拌器。
- 仪器采用抗高氯酸腐蚀的材料，可进行非水滴定。仪器支持双高阻输入。
- 仪器可增配一个滴定单元，实现双管组合滴定，满足客户特殊要求。
- 仪器样品列表功能，支持我公司生产的自动进样器，可以实现多样品自动滴定，满足用户批量测试的需求；使用进样器，仪器也支持 pH 电极的自动标定。
- 仪器支持多测量单元，如电位测量单元、永停测量单元、电导测量单元、光度测量单元、温度测量单元等；仪器以电位测量单元作为默认配置，用户还可以根据需要增加一个测量单元，如永停、电导等。
- 仪器以滴定方法管理所有滴定，支持滴定方法的查阅、拷贝、编辑、新建等功能；所有滴定方法包含使用的

设备，如测量单元、滴定单元、搅拌器参数，测量参数、测量结果参数等。

- 对应不同测量单元，具有不同测量方法。对应电位测量单元仪器支持包括动态滴定方法、预设终点滴定方法、等量滴定方法、恒滴定方法、手动滴定方法，以及随机提供的 2 种应用。
- 仪器具有良好操作界面，使用方便，能实时显示有关测试方法、滴定曲线、测量结果。
- 仪器按照过程控制整个滴定，允许用户编辑滴定过程，创建特殊的滴定方法，满足探究性的应用。
- 滴定结束后，用户可直接生成专用滴定方法，扩大了仪器使用范围。仪器选用不同电极可进行不同的滴定，包括酸碱滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、络合滴定、非水滴定等多种滴定和 pH 测量。
- 仪器支持 U 盘，允许读写滴定方法、滴定结果。
- 支持滴定剂管理，最多支持 5 种滴定剂；
- 支持公式编辑器，允许用户自定义结果计算公式，包括数字、+ - * / ()、系统变量、用户自定义变量，最大 50 个字符长度。
- 支持 USB、RS232 连接 PC，配合专门开发的配套滴定软件控制。在计算机上可即时显示滴定曲线及其一阶、二阶导数。方便滴定模式的编辑和修改，并可进行结果的统计等。
- 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。

- 仪器支持存贮 100 套滴定方法。
- 仪器支持 GLP 规范，可以存贮 200 套滴定结果。
- 仪器具有统计功能，允许用户将滴定结果进行统计、查阅、分析、比较。
- 支持电极标定功能，具有标液组管理功能，自动识别 GB、DIN、NIST 等多种 pH 缓冲剂，最多 3 点标定。
- 仪器支持多种途径开始滴定，包括从起始界面、导航式滴定、快捷方式、滴定方法管理、样品列表管理等。
- 允许用户创建快捷方式，可以将经常使用的功能、滴定方法创建快捷方式，直接启动。
- 支持设备管理，允许单独调试、控制。管理每个设备。
- 仪器编写有部分操作指导，简单、扼要地提示仪器的常规操作说明，方便用户使用。
- 仪器支持用户管理，最大支持 8 个用户，支持密码管理。
- 支持中英文语言。
- 仪器支持固件升级功能，多种升级途径，包括用 U 盘直接升级；允许仪器功能扩展和个性化要求。

2.1.2 主要技术性能（温度部分）

1 测量范围

0~60℃。

2 滴定管容量允差

10ml 滴定管：±0.025ml；

20ml 滴定管：±0.035ml。

3 滴定分析的重复性：0.7%。

4 电子单元温度重复性误差：0.001℃。

5 仪器正常工作条件

环境温度：（5.0~35.0）℃；

相对湿度：不大于 80%；

供电电源：（220±22）V，频率（50±1）Hz；

除地磁场外，周围无电磁场干扰。

6 外形尺寸

主滴定装置(mm)：340×400×400(长×宽×高)；

辅滴定装置(mm)：200×110×230(长×宽×高)。

7 重量(kg)：约 10。

2.1.3 仪器的安装（温度部分）

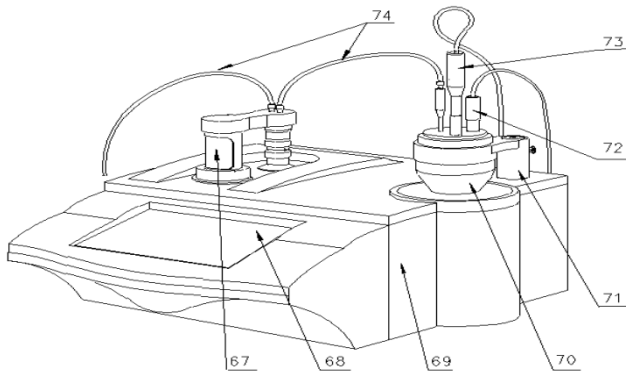


图 9

67. 滴定装置 68. 显示屏 69. 主机

70. 保温滴定杯 71. 滴定杯固定圈

72. T-828 温度测量电极 73. 上搅拌器 74. 输液管

2.2 开机和按键

打开电源开关，仪器显示登录界面，要求用户登录。
登录后，仪器进行自检，稍等，进入起始状态。

本仪器使用触摸屏作为操作、控制设备，随机将配置触摸屏，用户触摸按键时可以适当延长一点时间以增加点击的准确性，如果偏离位置确实较大，应该进行触摸屏的重新校正，以免影响使用效果。

仪器默认以蓝色高亮条表示选中，浅色表示无效的选项，点击高亮条可以执行相应操作。

2.4 用户登录和起始界面

仪器最多支持 8 个用户，并支持密码管理。默认第一个用户为 Admini，用户无法修改。只有 Admini 用户登录时才有权限创建用户、删除用户，其他用户无法操作。

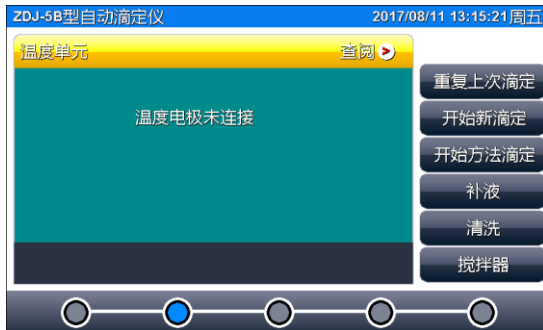
警告用户：1、仪器出厂时，Admini 的密码没有设置，即为空白，用户直接按确认键登录即可；2、如果用户设置了密码，请妥然保管好自己的密码，免得丢失导致无法正常登录，影响仪器的使用，给您带来不必要的麻烦。

登录成功后，仪器开始检查外接设备，然后进入起始状态，将来所有的操作都从此开始，完成相应工作后返回到这里，我们称为起始状态。

起始状态最多包含 5 个显示界面，分别为：电位单元监控界面、温度测量单元监控界面、上次滴定结果界面、系统功能

菜单界面、用户自定义滴定方法界面。点击下方标记可以切换显示页面。

如果仪器没有安装第二测量单元，则不会显示第二测量单元界面。





仪器起始状态显示示意图(10)

电位单元监控界面显示当前实际测量的信号值，包括电位、温度、pH 值以及当前测量的通道号。在此界面下，可以完成清洗、补液、搅拌、重复上次滴定、开始滴定等工作。点击测量窗口或者“查阅”标记可以查阅上次 pH 的标定结果、重新标定电极。

第二测量单元监控界面显示当前的温度值，以及相应的电位。

系统功能菜单界面显示全部系统功能，包括补液、清洗、设置搅拌器、重复上次滴定、开始新滴定、滴定方法管理、样品列表管理、查阅上次滴定结果、查阅存贮滴定结果、滴定结

果统计、设备管理、滴定剂管理。系统设置、操作指导等。

对应绝大部分用户而言,可能只需要测量某一类样品的几个参数,即用到 1~2 个滴定方法就可以了,为了方便使用,仪器允许用户直接将最常用的滴定方法创建一个快捷方式到自定义界面,以后可以直接调用。

2.4 仪器操作

2.4.1 清洗、补液

在仪器起始状态的电位监控界面点击“清洗”(或者系统菜单页),即可进入清洗功能模块,显示如图。

清洗包括滴定单元号,清洗速度、清洗次数三个选项。如果仪器连接滴定单元 2,则滴定单元号可选。用户设置清洗速度(通常为快速)、清洗次数(最大 99 次)后,点击“清洗”按钮即可开始清洗,清洗过程用户可以随时终止。按“结束”键返回起始状态。

同样,在仪器起始状态的电位监控界面点击“补液”(或者系统菜单页)即可进入补液模块,完成补液操作。



仪器清洗操作显示示意图(11)

注意：1、每次滴定结束，仪器会自动补液。2、在“设备管理”中也可实现清洗、补液功能。

2.4.2 设置搅拌器

搅拌器是滴定必备的设备，通常每次滴定都需要搅拌器，有些滴定可能需要严格的搅拌速度，否则将影响测量结果，因此有必要设置搅拌器的速度值，每个滴定方法包含有搅拌器控制，除非用户通过编辑滴定过程特意去除搅拌器功能！

本仪器支持两种搅拌器，上搅拌器和下搅拌器。仪器将每种搅拌器的速度分成 45 档，即最大搅拌速度为 45。仪器默认安装有下搅拌器，如果用户有特殊需求，可以选购上搅拌器，请用户按照实际连接的搅拌器类型设置，并调试搅拌器速度。有几个途径可以设置搅拌器。

1、在查阅某个滴定方法的参数、过程中设置

选择某个滴定方法，点击“查阅参数”或者“查阅过程”按键，进入相应查阅模块，然后选择有关搅拌器项即可设置搅

拌器类型和搅拌器速度值。

2、搅拌器单独设置

在仪器起始状态的电位监控界面点击“搅拌”（或者系统菜单页点击“设置搅拌器”）即可设置搅拌器，调试搅拌器，如图，



设置搅拌器示意图(12)

图中包含搅拌器类型、搅拌器速度，调节速度的按键和速度指示条、开关键等，用户可以点击搅拌器速度设置速度值，或者点击速度指示条、“++”、“—”键调整搅拌器速度，仪器将直接打开搅拌器，将有溶液的烧杯（带搅拌棒）放置在搅拌器上面将看到直接的搅拌效果。

仪器有“当前设置对所有方法有效”的选项框，“No”表示设置的搅拌参数对所有滴定方法不起作用，“Yes”表示所有滴定方法将采用当前设置的搅拌参数。

3、设备管理中设置搅拌器

进入设备管理模块，选择搅拌器，即可设置搅拌器的类型、速度。

2.4.3 查阅测量单元 2

在起始状态的第二测量单元监控界面，点击测量窗口或者“查阅”图标即可进入，仪器将显示当前的温度以及没有打开电桥平衡时的电位值。

温度滴定是一种高精度、高分辨率的测量，对外界环境温度、系统要求相当高，仪器支持测量分辨率达 0.001°C 。滴定是测量整个滴定过程中添加体积与温度的变化曲线，为了实现高分辨率，仪器使用电桥平衡技术，通过设置放大倍数来放大测量信号，最大允许放大 1000 倍。



查阅测量单元 2 示意图(图 13)

点击“测试打开”可以验看仪器打开电桥后情况。测试打开后电桥会有一个平衡过程，mV 值将明显变化，电位将归零，通常小于 20mV（但实际的温度不会变化）。如果电桥始终平衡不了，或者平衡后电位大于 200mV，则可以电桥平衡有问题。

温度电极本身由于元器件不同，与实际的环境温度会有差异，如果用户觉得相差太大，影响使用的话，可以考虑标定温

度电极。标定温度电极比较复杂，要求有恒温槽等恒温设备，而且非常费时费力。点击“重新标定”即可校正温度电极，仪器最多允许 5 点校正。

如果将“标定结果对全部滴定有效”设置为“No”，表示仪器显示的温度值是温度电极直接测量到的值，否则将使用上一次的标定数据进行补偿。

2.4.4 设置滴定管、滴定管系数

本仪器默认安装有一个滴定单元（容量滴定单元），即滴定单元 1，用户还可以根据需要进行选购一个滴定单元，组合成复杂的滴定方法，满足复杂滴定需要。每套滴定单元有一个滴定管。我公司开发的新型滴定管，将阀门滴定管一体化设计，用户可以直接更换，减小了不同滴定时采用不同溶液的相互干扰问题，用户可以采购多个滴定管完成不同的滴定需求。本仪器支持多种容量的滴定管，包括：10mL 滴定管、20mL 滴定管。

通常每个滴定方法都包含有滴定单元的信息，包括滴定管类型、滴定管系数，用户必须正确设置，才能保证滴定的正确进行，否则将直接影响添加体积的多少，进而影响滴定结果。

选择某个滴定方法，选择“查阅参数》设备信息》滴定单元”，即可设置滴定单元的类型、滴定管系数。

注意：1、滴定管系数以百分数表示，例如：滴定管系数 99.85%，应该输入 99.85；2、每个滴定方法都有滴定单元，因此第一次使用前或者更换滴定管后需要设置新的滴定管系数；3、对应用户创建的多管路滴定方法，仪器会同步弹出滴定单元 2 的信息，用户同样需要正确设置。

2.5 滴定

2.5.1 滴定开始前的准备

用户应该比较了解所需测量物质（样品）的性质、属性；常规测试的方法；了解滴定仪基本的操作、应用；正式使用前必须仔细检查连接的管道是否正确、有否漏液、冒泡等现象，可以用纯水或者其它溶液（特殊要求的除外）代替测试，多清洗几次，查看仪器的运行情况。

如果配套使用我公司开发的自动样品进样器，则需要检测进样器是否能正常工作，管道是否有脱落、排液口是否通畅。可以用进样器自带的按键调试，或者连接本滴定仪后联机调试。

如果有双管路滴定需求的用户，配套使用我公司的另一套滴定单元，则可以按滴定单元 1 的方法，执行多次清洗、补液工作，保证滴定单元的正常；同样，在正式滴定开始前，应检测搅拌器是否正常工作；

如果用户是第一次使用本滴定仪，或者对样品、滴定结果不太确定，或者是研究性质的需求，建议用户使用等量滴定方法，用默认参数滴定，查看滴定情况，再做进一步处理；如果是熟练的用户，对样品、测试方法很熟悉，则可以选择恰当的滴定方法直接进行测量，滴定结束后，再做进一步处理。

2.5.2 开始滴定的几种途径

本仪器支持多种途径完成一次滴定，包括：

- 从“重复上次滴定”开始滴定；
- 从“开始新滴定”开始滴定；

- 从“滴定方法管理”开始滴定；
- 从“样品列表管理”开始滴定；
- 从“快捷方式”开始滴定。

2.5.3 等量滴定方法滴定

等量滴定方法是温度滴定的唯一滴定方法。仪器要求用户事先设置相关参数，并按照设置的条件，完成整个滴定。

在起始状态系统菜单页点击“滴定方法管理”，再点击温度单元，仪器自动列出存贮的温度滴定方法。选择“Equivalent Titr”，点击“查阅参数”可查看等量滴定的控制参数，点击“查阅过程”可查看等量滴定的整个控制过程。



滴定方法管理显示示意图（图 14）

2.5.3.1 等量滴定方法参数

等量滴定方法的参数主要包括，设定的终点数（默认为 1 个终点）、终点突跃类型、终点突跃值、终点区间、放大系数、滤波系数、每次添加量、最大添加体积、测量单元、搅拌器、样品、滴定剂，每个参数的设置可能影响测量结果。

注意：所有使用等量滴定方法进行滴定的几种途径，其参数的设置、意义参考下面定义。

■ 设定的终点数

表示仪器寻找终点的数量。仪器默认为 1 个，最大 5 个。

■ 终点突跃类型、终点突跃量、滤波系数

注意：

1. 对应未知的样品，可以先按照默认参数测试；
2. 测试完成后，可以由查阅滴定结果，进一步分析曲线形状、终点位置、终点大小，由此确定新的滤波系数；
3. 滤波系数设置后，再配合滴定曲线设置突跃量。
4. 然后再按照新的参数测试；
5. 重复上述过程，直到满意为止。
6. 滤波系数的值将直接影响突跃量。
7. 滴定一旦开始后，建议用户不要随意暂停滴定。对温度滴定而言，将产生温度变化的不连续，影响测量结果。

终点突跃类型、终点突跃量、滤波系数是决定温度滴定终点的关键参数。

温度滴定使用两次微分寻找滴定等当点。滤波系数值的选

择正确是否将最终决定滴定终点值是否正确、有效。较大的滤波系数有较明显的曲线对比。如果是终点不明显的滴定，较大的滤波系数是一个必须的选择，但是较大的滤波系数会影响测量结果，仪器默认的滤波系数是 64。

将滤波系数设大一些，可避免噪声对寻找终点的影响，但可能找不到小突跃的终点；反之，则可能由于噪声的影响，找到假终点。

当滤波系数确定后，再按照实际滴定情况来确定终点突跃量，不同的滤波系数将直接影响终点突跃量，即曲线的峰高。

终点突跃类型是仪器最终判断终点的依据，分大、中、小、自定义四种。

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。对应的终点突跃值分别为 500mV/mL、200mV/mL、100mV/mL、用户设定值（用户只有选择自定义项才能设置自定义突跃值）。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（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”，或者选择自定义，并设置合适的终点突跃值）。

■ 终点区间

在温度滴定中，由于外界环境的影响，滴定自身的缘故，会出现温度变化滞后的情况，特别是刚开始滴定时出现，明显干扰滴定曲线、数据分析，影响测量结果，为此，仪器允许用户设置滴定终点的起始体积量，避免寻找到错误的终点。比如，某个温度滴定开始滴定处有明显的毛刺，1mL 以后才正常，则可以设置终点区间为 1mL。

■ 放大系数

放大系数即仪器的放大倍数，是仪器实现高分辨率的保证。有 10、50、100、250、500、1000 倍等 6 种。较高的放大倍数可以更好地保证信号的测量，但是不可能无限的放大，放大有自己的局限，放大倍数越大，则实际能测量的范围越小，比如，用 100 倍可以测量 1℃ 的变化范围，如果用 1000 倍的放大倍数进行测量，则可能只能测量 0.1℃ 的变化范围！因此，随不同的滴定可能需要随机调整，一旦在滴定过程中出现电位值始终不变、没有变化时，可能需要终止滴定，将放大倍数缩小，或者通过改变滴定剂等其他手段来弥补。

■ 空白值

由于外界的影响、滴定的延时、系统反应的延时都将不可避免的引起整个滴定系统的滞后、产生系统误差，特别是温度滴定将更加明显，可达到 0.3mL 以上。如果用户有正确度的测量需要，则必须进行空白值的校正。

仪器在实际的结果计算中将扣除空白值。

详细参考空白值的校正。

■ 每次添加体积

本滴定采用等量添加法，即每次添加的体积相同。该参数设置数值大，滴定速度快，整个滴定时间短，但可能会影响滴定精度；反之设置数值小时，其滴定速度慢，滴定时间长，但精度可能较高，仪器默认为 0.05mL。

■ 最大添加体积（结束体积）

此参数是为了保证由于过量添加而发生溢出等异常情况，从而导致仪器损坏而对您造成不必要的损失而设计的，您最好

设置此参数。仪器在滴定过程中，会自动判断总的添加体积，一旦添加过设定的最大添加体积量时，仪器将暂停滴定，并提示用户是否真正结束滴定，用户按实际需要选择继续滴定或结束滴定即可。

■ 测量单元

表示本滴定方法使用的测量单元名称、类型。

■ 搅拌器

设置本滴定方法使用的搅拌器类型、速度值；对应某些滴定，可能用户需要不同的搅拌速度来调节滴定的化学反应速度。用户可以按照实际需要设置此参数。滴定开始时，仪器会自动按此速度搅拌。

■ 滴定单元

设置本滴定方法使用的滴定单元类型、滴定管类型、滴定管系数。第一次使用本方法滴定时或者更换滴定管后，必须重新设置滴定管类型、滴定管系数值。

■ 样品信息

设置样品的信息，包括样品名称、样品量。如果用户事先知道样品的体积量，则可以设置此参数。

■ 滴定剂信息

在正式滴定开始前，用户事先应由滴定剂管理功能创建相应滴定剂，详细请参见滴定剂章节。

滴定剂创建后，在滴定方法中选择使用某个滴定剂即可。其相关的滴定剂参数将自动包含进去。如果最后的滴定结果计算与滴定剂相关，则更应该引起注意，否则将导致结果错误等情况。

2.5.3.2 开始等量滴定方法滴定

所有参数设置正确后，最后检查连接的管道、滴定剂、样品情况，可以按照实际需要先清洗几次滴定管（一般清洗 3 次），确认无误后可以开始滴定（可以用前面描述的几种途径启动滴定）。滴定过程如图，分别显示当前滴定方法的名称，当前时间、滴定类型、滴定分析电位与添加体积的曲线和一次微分曲线、当前测量数据、添加总体积、滴定结果、样品数量、当前样品号，样品名称，总滴定分析时间、滴定过程提示框、滴定单元状态、按键等。

在滴定过程中，仪器自动按照用户编写的滴定过程，一个过程一个过程的执行，滴定过程提示框将动态显示滴定过程。包括自动进行采样、溶液的添加、添加量的计算、终点判断等，当仪器找到某个滴定终点后，会鸣叫三声，提醒用户，并显示出终点对应的体积值。

如果仪器发现已添加过用户所设定的最大添加体积（结束体积），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。在滴定过程中没有找到终点的话，可以在结束后修改参数，重新计算并寻找终点（见 2.5.6）。

仪器设置有暂停功能。在滴定过程中，如果用户有事需要处理，或者特殊的滴定进行到某个阶段时，必须将样品再处理，此时用户可以利用此功能实现这个目的。按“暂停”键暂停仪器的执行，等处理完成后，按继续键执行后面的过程。

注意：在滴定过程中，强烈建议用户不得暂停滴定。



滴定过程显示示意图 (15)

2.5.3.3 等量滴定方法结束后的操作

滴定结束后，仪器控制滴定仪自动完成补液、关闭搅拌器等，然后进入查阅滴定结果状态，详细参见查阅滴定结果章节。

2.5.4 用户自己创建滴定方法的滴定

用户参考前面提到的步骤，用仪器随机提供的滴定方法，通过修改参数、编辑滴定过程，重复测试，研究探索出适合自己样品测试的方法、参数，创建属于自己样品的滴定方法，完成后，即可开始正常滴定。

2.5.5 系统的空白值

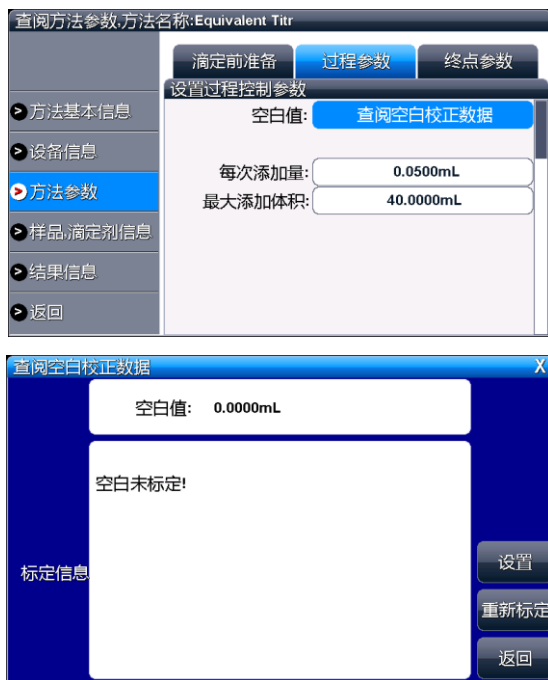
2.5.5.1 系统的空白值

由于外界的影响、系统反应的延时都将不可避免的引起整个滴定系统的滞后、产生系统误差，特别是温度滴定将更加明

显, 可达到 0.3mL 以上。如果用户有正确度的测量需要, 则必须进行空白值的校正。

方法空白的测量是用不同浓度的待测物在优化好的条件下滴定, 将待测物浓度与滴定剂消耗的等当点作图。方法的空白值, 即为用所测的滴定数据作线性回归的 y 轴截距。任何方法参数的改变, 就需重新作方法的空白值。

在“滴定方法管理》查阅参数》方法参数》查阅空白校正数据”可查看系统的空白值, 点击“重新校正”可以校正空白, 点击“设置”可删除标定值, 手动输入空白值。



系统空白值显示示意图(16)

2.5.5.2 空白值的校正

校正步骤如下：

1、准备 1~5 种标样；

例如，样品溶液消耗的滴定剂量应在 2~4mL 之间。标样则滴定剂的消耗量在 1~5 mL 之间。通常对于温度滴定，适宜的滴定剂最大消耗量为 5~6mL。

如果基准样是液体，要使用系列高质量移液管转移。该系列可以是 2、3、4、5mL 和 5、10、15、20、25 mL。移液管在使用之前，应该用适当的实验室玻璃清洁剂清洗，而后用去离子水冲洗。所选系列移液管的体积和相应标样浓度都需要考虑溶剂体积的影响。

如果用固体的基准样，需用分析天平称准确到 $\pm 0.1\text{mg}$ 。

2、测量

依次将准备好的标样滴定。每次滴定开始前，输入标液值（mol 值），然后开始滴定，得到终点体积；

3、当滴定标样超过 3 个时，仪器将以系列标样的 mol 值(X 轴)对终点体积 mL(Y 轴)作线性回归，即绘制方程 $y = ax + b$ 的曲线，截距“b”就是空白值。

4、校正结束，用户选择保存当前的空白值即可，在实际的结果计算时，仪器将扣除空白值。

2.5.6 查阅上次滴定结果

滴定结束后，仪器允许查阅当前滴定结果，作进一步的分析、研究。如果是面对陌生的样品，则更有必要查看滴定曲线，通过分析滴定曲线、确定滤波系数、或者重新计算滴定结果。

滴定结束后，仪器将自动进入查阅当前结果功能，显示如图，点击滴定曲线可以查看曲线、点击终点设置可以重新设置滤波系数、终点突跃量、以及计算区间，设置滤波系数可以直接看到滤波效果。



查阅滴定结果						
滴定信息	滴定结果 报告本次滴定结果					
滴定曲线	No.	EP(V)	EP	Result	Total(V1)	Total(V2) Time
滴定数据	1	5.0151mL	24.258℃	2.5075e+00mol/L	5.0151mL	0.0000mL 2017/08/14 13:35:09
滴定结果	NOTE: Result=Vepn*Conc1/Vsmp Conc1=1.0000e+00mol/L Vsmp= 2.0000mL					
存储滴定结果						设置 样品量
打印输出						添加统计
终点设置						
返回						

查阅滴定结果	
滴定信息	终点设置 重新设置终点,测量结果
滴定曲线	滤波系数值: <input type="text" value="032"/>
滴定数据	终点突跃值: <input type="text" value="200.0"/>
滴定结果	开始位置: <input type="text" value="001"/>
存储滴定结果	结束位置: <input type="text" value="147"/>
打印输出	
终点设置	
返回	重新计算

查阅上次滴定结果显示示意图(18)

2.5.7 滴定结束后对数据的重新处理

对于某些反应，温度滴定曲线在滴定终点的拐点不明显，使得仪器找不到终点，此时在滴定结束后，可以修改参数，对滴定数据进行重新计算处理，来寻求终点。

滴定结束后，仪器自动进入查阅当前结果功能（参阅 2.5.6），点击“终点设置”按钮，有如下四个参数可以进行重新设置：

滤波系数——作用为抑制噪声，保留信号，提高信噪比。如果发现微分曲线的噪声较大，则可以设大滤波系数，反之亦然。

终点突跃值——设置终点时微分曲线的峰值，如果设置过大，则有可能无终点。如果设的过小，则可能找到假终点。

开始位置——寻找终点的起始点。

结束位置——寻找终点的结束点。

（设置开始和结束位置的意义在于，对于温度滴定，起始时会有个缓慢升温的过程，此时是滴定剂加入产生的稀释热；当达到一定量时才会与被测物反应产生生成热，所以在滴定开始有一个转折，此不为终点故需过滤掉。）