

## 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。
- 警告—在使用危险化学品时，请先阅读该化学品 MSDS 做好防护措施后，方可继续操作滴定仪。
- 警告—在进行滴定试验时，特别是强碱、强酸、高氯酸等强腐蚀性溶液的分析时，应注意防护，最好带好面罩及手套，以防溶液对人体的伤害。

## 目 录

1	安 装	4
1.1	开 箱	4
1.2	仪 器 结 构	4
1.2.1	仪 器 正 面 图	4
1.2.2	仪 器 背 面 图	5
1.2.3	仪 器 配 件	6
1.2.4	滴 定 管 装 置 以 及 阀 门 的 安 装	8
1.2.5	电 极 架 与 滴 定 杯 的 安 装	9
1.2.6	安 装 滴 定 管 装 置 及 阀 门	10
1.2.7	安 装 电 极 架 及 滴 定 杯	10
1.2.8	连 接 输 液 管	11
1.2.9	安 装 测 量 电 极	11
1.2.10	仪 器 的 日 常 维 护	11
2	操 作 指 南	13
2.1	简 介	13
2.2	仪 器 主 要 技 术 性 能	14
2.3	仪 器 功 能 介 绍	15
2.4	键 盘 说 明	15
2.5	滴 定 模 式 介 绍	16

2.6 仪器操作.....	17
2.6.1 仪器的开/关机.....	17
2.6.2 仪器的参数设置.....	17
2.6.2.1 设置温度值.....	18
2.6.2.2 设置系统时间.....	18
2.6.2.3 设置操作者编号.....	19
2.6.2.4 设置滴定管.....	19
2.6.2.5 设置搅拌速度.....	20
2.6.2.6 设置蜂鸣器.....	20
2.6.3 电极标定.....	21
2.6.4 标定滴定管系数.....	22
2.6.5 清洗.....	23
2.6.6 补液.....	24
2.7 滴定功能.....	24
2.7.1 检查滴定模式.....	25
2.7.2 检查标定结果.....	25
2.7.3 检查预加体积, 结束体积.....	26
2.7.4 检查滴定参数.....	27
2.7.5 检查样品、滴定剂参数.....	31
2.7.6 检查滴定结果参数.....	32
2.7.7 检查其他参数.....	32

---

2.7.8	开始预设终点滴定 .....	32
2.7.9	滴定结束后的操作 .....	33
2.7.10	开始手动滴定 .....	34
2.7.11	手动滴定结束后的操作 .....	35
2.8	查阅功能 .....	36
2.8.1	查阅上次滴定数据 .....	36
2.8.2	查阅上次滴定结果 .....	36
2.8.3	查阅存贮的滴定结果 .....	37
2.9	打印输出功能 .....	38
3	仪器的维护 .....	39
4	附件信息 .....	40
5	附录 .....	40
附录一	pH 标准缓冲溶液的制备 .....	40
附录二	串口打印机的选择参考 .....	41
附录三	故障现象与故障排除表 .....	42
附录四	常用玻璃量器衡量法 K(t) 值表 .....	43

# 1 安装

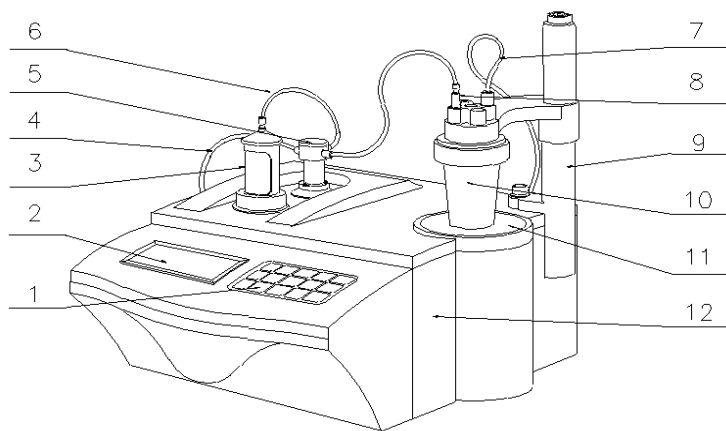
## 1.1 开箱

在 ZDJ-3A 型自动电位滴定仪包装箱中可找到以下部件：

- |                    |     |
|--------------------|-----|
| 1. ZDJ-3A 型自动电位滴定仪 | 1 台 |
| 2. 附件              | 1 套 |

## 1.2 仪器结构

### 1.2.1 仪器正面图

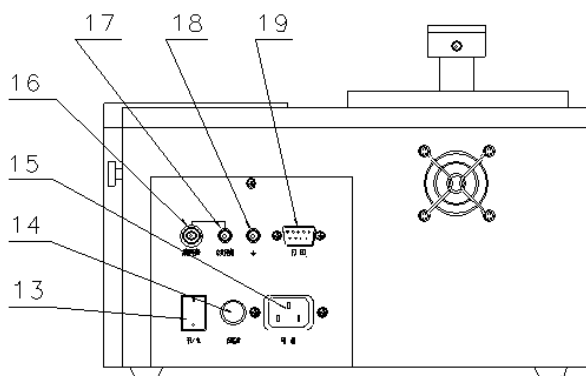


仪器正面示意图（图 1）

- (1) 键盘
- (2) 液晶显示
- (3) 滴定管装置
- (4) 进液管

- (5) 三通阀门
- (6) 阀门与滴定管的连接管
- (7) 传感器
- (8) 毛细滴管
- (9) 电极架
- (10) 溶液杯
- (11) 下搅拌器
- (12) 主机

### 1.2.2 仪器背面图

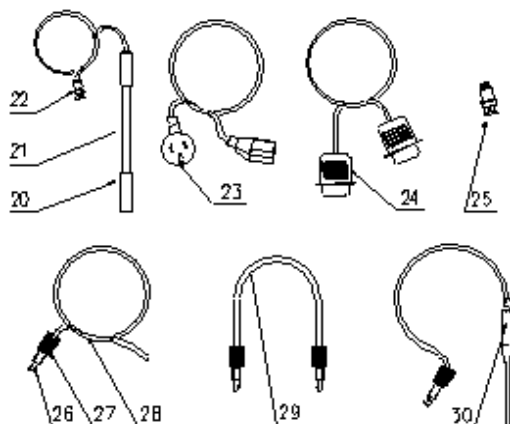


仪器背面示意图 (图 2)

- (13) 电源开关
- (14) 保险丝座

- (15) 电源座
- (16) 测量电极插座
- (17) 参比电极接线柱
- (18) 接地接线柱
- (19) 串口打印插座

### 1.2.3 仪器配件



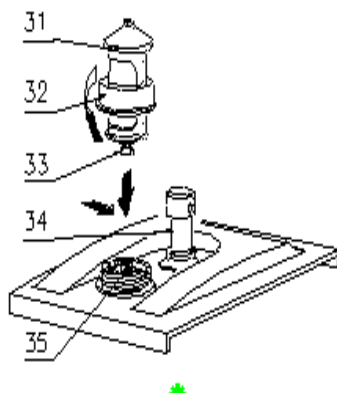
仪器附件示意图 (图 3)

- (20) 电极护套
- (21) E-201-C 型 pH 复合电极
- (22) Q9 插头
- (23) 国际通用电源线
- (24) 串口打印线

- (25) Q9 短路插头
- (26) 夹管衬套 (输液管与螺纹端面密封)
- (27) 夹管螺钉
- (28) 输液管
- (29) 阀门与滴定管的连接管
- (30) 毛细滴管



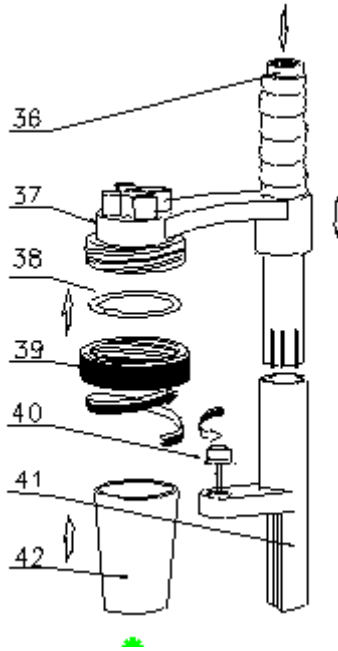
## 1.2.4 滴定管装置以及阀门的安装



滴定管装置以及阀门安装示意图（图 4）

- (31) 滴定管装置
- (32) 滴定装置紧固螺母
- (33) 活塞杆头（安装时要配合）
- (34) 三通阀门
- (35) 顶杆（安装时要配合）

### 1.2.5 电极架与滴定杯的安装



电极架与滴定杯安装示意图（图 5）

- (36) 按钮（按下时可调节高度及左右转动）
- (37) 电极架
- (38) 硅橡胶圈
- (39) 溶液杯固定螺帽
- (40) 电极架固定螺钉
- (41) 电极架固定座
- (42) 溶液杯

## 1.2.6 安装滴定管装置及阀门

将主机（11）放在试验台上，按（图 4）安装滴定管，安装时注意（35）活塞杆头与主机上（37）顶杆的倒 T 形槽相配合、然后向下按在确认前后及左右不能移动后，将透明窗正对前面旋紧滴定装置紧固螺母（34）即可。

## 1.2.7 安装电极架及滴定杯

先按（图 5）与（图 1）所示，把电极架固定座（43）的底部内侧 T 形槽对准主机右侧面的电极架定位 T 形螺钉按下，然后拧紧固定螺钉（42）固定好电极架。平常在检测时和更换被滴溶液时按下按钮（38）可调节滴定杯的高度和左右角度；

再按如（图 5）所示将硅橡胶圈（40）放在溶液杯固定螺帽（41）内圈并旋在电极架（39）的外螺母上 2 至 3 圈，在溶液杯（44）中放入搅拌珠从下往上至顶部然后拧紧螺帽（41）固定溶液杯。

## 1.2.8 连接输液管

按（图1）所示，滴定管装置顶上有一个螺纹孔，三通阀门侧面有3个90度分布螺纹孔；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；然后按图所示分别将1. 阀门背面的一个螺纹孔要用一根备件中稍短（31）连接管（两头都有夹管螺钉的）与滴定管装置顶上有一个螺纹孔连接。2. 将输液管（30）长的一根（只有单个夹管螺钉）与阀门左面螺纹孔连接另一头插入贮液瓶的底部；3. 再将出厂附件中的滴定毛细管（32）连接好（一头都有夹管螺钉的另一头是毛细管），一头连接阀门方右面螺纹孔；另一头插入电极架的一个小孔中。

**注意：先检查阀门的螺孔内是否有异物，再将夹管衬套（28）夹管螺母（29）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。**

## 1.2.9 安装测量电极

拧下后面板（图2）Q9 短路插头将E-201-C型 pH 复合电极（22）插头与后面板的测量电极插座连接，之后拔掉电极上的电极护套（20），然后将E-201-C型 pH 复合电极（21）插入（图5）电极架（39）相应孔内；

**注意：请保管好拧下的 Q9 短路插头。**

## 1.2.10 仪器的日常维护

1. 仪器在滴定时，要更换溶液，就要装拆溶液杯，如上图（图5）所示，先将按下按钮（38），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（44），旋转放松溶

液杯固定螺帽（41），拿出溶液杯（44），倒掉溶液杯中的溶液，并清洗数次（**注意：搅拌珠也必须一起清洗**）。在溶液杯（44）中倒入被测溶液（**注意：搅拌珠必须放在溶液杯（44）的杯底**），然后将溶液杯（44）按（**安装电极架及滴定杯**）安装好，拧紧大螺帽（41），按下按钮将溶液杯装置下移并转至下搅拌器（10）的中心，使溶液杯（44）杯底接触搅拌器（10）表面，最后放松按钮（38）。

2. 如果用户需要打印滴定结果等，将打印机连线插入后面板的打印插座内，仪器默认设置通信波特率为 9600bps，即 9600, n, 8, 1。
3. 将国际通用电源线插入电源插座内；拧下保险丝座上的保险丝盖，装入备件中的保险丝  $\Phi 5 \times 20$  (1A)，然后拧紧保险丝盖（通常，仪器在出厂前已装好保险丝。万一由于不确定的原因导致保险丝烧坏，用户可以自己考虑更换，仪器附件中通常有备用的保险丝）。
4. 滴定结束后，请将测量电极小心取下，按照电极说明书保管。
5. 为了更好的使用仪器，避免高阻器件的损坏，给您带来不必要的损失，滴定开始前，请将 Q9 短路插头从电极插座上取下，放置在干燥的地方；滴定结束后，将 Q9 短路插头连接到测量电极插座上。

## 2 操作指南

### 2.1 简介

ZDJ-3A 型自动电位滴定仪(以下简称仪器)是一种实验室分析仪器,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。

ZDJ-3A 型自动电位滴定仪是上海仪电科学仪器股份有限公司根据市场需求,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,能实时显示有关测试方法、滴定过程、测量结果。仪器具有良好操作界面,使用方便。
- 仪器具有二种滴定模式,包括预设终点滴定、手动滴定。
- 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。
- 支持 pH 电极的标定,支持自动识别,最大 2 点标定。
- 仪器改进了滴定系统,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。
- 滴定系统采用抗高氯酸腐蚀的材料,可进行非水滴定。
- 仪器可通过打印接口连接串口打印机,打印滴定结果、滴定数据,便于分析。
- 仪器支持 GLP 规范,可以存贮 20 套滴定结果。

## 2.2 仪器主要技术性能

### 1 测量范围

- pH 值：(0.00~14.00)pH;
- mV 值：(-1999~1999)mV;

### 2 分辨率

- pH 值：0.01pH;
- mV 值：1mV;

### 3 电子单元基本误差

- pH 值： $\pm 0.01\text{pH} \pm 1$  个字;
- mV 值： $\pm 0.1\%$ 满度;

### 4 滴定管容量允差

- 10ml 滴定管： $\pm 0.05\text{ml}$ ;
- 20ml 滴定管： $\pm 0.07\text{ml}$ 。

### 6 滴定分析的重复性：0.3%。

### 7 电子单元重复性误差：不大于 1mV

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

### 9 仪器正常工作条件

环境温度：(5~35)℃;

相对湿度：不大于 80%;

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

除地磁场外，周围无电磁场干扰。

### 10 外形尺寸(mm)：340 $\times$ 400 $\times$ 400(长 $\times$ 宽 $\times$ 高)。

### 11 重量(kg)：约 10。

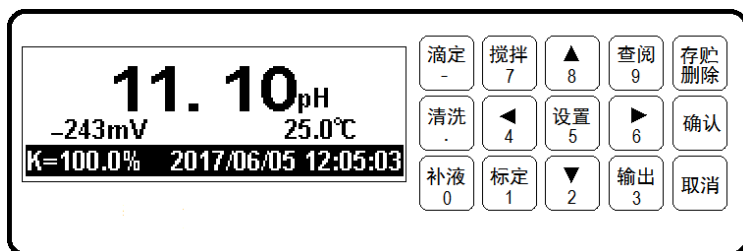
## 2.3 仪器功能介绍

仪器具有二种滴定模式，包括预设终点滴定模式、手动滴定模式。

仪器选用不同的测量电极可进行：酸碱滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、络合滴定等多种滴定。

仪器支持串口打印机，滴定结束可以直接打印测量结果、滴定数据。

## 2.4 键盘说明



按键与显示示意图（图 6）

仪器共有 15 个键，依次为：标定/1、▼/2、输出/3、◀/4、设置/5、▶/6、搅拌/7、▲/8、查阅/9、补液/0、清洗/.、滴定/-、确认键、取消键。

所有按键按功能分，主要有三大类：

### 1. 确认、取消键

对应绝大多数功能，确认键表示用户认可相应的操作；取消键则放弃相应的操作；

### 2. 数字复合键

负号、小数点和（0~9）数字键全部被设计为功能复



合键。当用户需要输入数据、设置参数时，数字键有效；在其他情况下，数字键功能不起作用，复合功能有效。下面简单介绍几个重要的功能键：

- 滴定键：开始滴定功能，用户按照提示完成滴定。
- 设置键：用于设置系统时间、滴定管系数、搅拌器等参数。
- 标定键：用于标定 pH 电极的斜率。
- 输出键：用于输出滴定结果、滴定数据等。

## 2.5 滴定模式介绍

本仪器支持以下两种滴定模式：预设终点滴定模式、手动滴定模式。

**预设终点滴定模式** 如果用户熟悉相应的滴定体系、滴定规律，用户事先知道样品溶液的滴定终点值，则可以用预设终点滴定模式进行快速滴定。用户只要设定终点数、终点值（终点 pH 或电位值）和预控值（预控值是快速滴定到慢速滴定的切换点），即可进行滴定。在滴定过程中，仪器一边采样、一边分析、一边滴定，一旦发现滴定临近终点，则自动减少添加体积，降低添加速度，直到滴定终点的到来。调整预控值，可以调整滴定时间。

**手动滴定模式** 滴定过程中，需要用户自己参与添加溶液、自己判断添加后电位的稳定、下一次添加量的大小等工作。该滴定模式可帮助用户寻找滴定终点。

## 2.6 仪器操作

### 2.6.1 仪器的开/关机

打开电源开关，仪器将显示仪器型号、名称以及软件版本等信息，完成自检后稍等，仪器自动进入起始状态，如图。



仪器起始界面显示示意图（图8）

仪器显示有当前的 pH 值、相应的电位值、手动设置的温度值；下方显示当前 pH 电极斜率、系统时间。仪器所有的模块操作都从这里开始。

此时，用户可以开始滴定功能、清洗滴定管、补液功能；开关搅拌器或者设置搅拌器的搅拌速度；按设置键设置系统时间、操作者编号、设置滴定管和滴定管系数、设置手动温度；查阅上次滴定数据、查阅上次滴定结果、查阅存贮的滴定结果等；重新标定电极斜率；输出上次滴定数据、滴定结果等。

### 2.6.2 仪器的参数设置

仪器的参数设置包括设置滴定管类型、设置滴定管系数、设置搅拌器速度、设置温度值、设置系统时间、设置操作者编号、设置蜂鸣器等。

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“设置”键，选择所需的设置项后按确认键，即可进入相应的参数设置模块。



设置选择显示示意图（图 9）

### 2.6.2.1 设置温度值

本仪器不支持自动温度测量，所有温度值必须手动输入。在仪器起始状态下按“设置”键选择“设置温度值”项即可设置，如图。



设置温度显示示意图（图 10）

### 2.6.2.2 设置系统时间

仪器的时钟由一颗纽扣电池提供电源，具有一定的计时误差，长时间使用可引起走时不准，必要时请按照实际时间重新

设置。在仪器起始状态下按“设置”键选择“设置系统时间”项即可设置，如图。用户按方向键移动高亮条到需要设置的时间项，然后按设置键输入实际时间。



设置系统时间显示示意图（图 11）

### 2.6.2.3 设置操作者编号

仪器允许用户设置一个编号作为记录 GLP 规范的一部分。设置范围：允许设置的范围为 0~200，默认为 000；

在仪器的起始状态下，按“设置”键选择“设置操作者编号”项，显示如图。用户按设置键直接输入合适的操作者编号即可。

**注意：用户所有的滴定结果、电极标定结果，仪器将自动包含操作者编号、时间等符合 GLP 规范的信息。**

### 2.6.2.4 设置滴定管

仪器支持两种类型的滴定管，即 10ml 和 20ml 滴定管。用户使用什么样的滴定管就必须设置什么样的滴定管，否则将直接影响滴定结果，望用户注意。每支滴定管在出厂前都进行过滴定管系数的标定，滴定管上面标示有相应滴定管系数，用户直接输入即可，如果用户觉得滴定出现较大偏差，也可以自己手动校正。

例如：如果用户使用 10mL 滴定管，滴定管系数为 99.86%，那么必须将滴定管设置为 10ml 滴定管、设置滴定管系数为 99.86%。

在仪器的起始状态下，按“设置”键并选择设置滴定管即可设置滴定管，如图。



设置滴定管、滴定管系数显示示意图（图 12）

### 2.6.2.5 设置搅拌速度

在仪器起始状态下，按“设置”键选择设置搅拌速度，显示如图。按“搅拌”键打开或者关闭搅拌器。按“▼、▲”逐档调节搅拌速度，按设置键直接输入速度值。



设置搅拌速度显示示意图（图 13）

### 2.6.2.6 设置蜂鸣器

仪器支持打开或者关闭蜂鸣器提示，按键有效时将鸣叫提示、滴定时发现终点后提示。

### 2.6.3 电极标定

pH 复合电极在不同的使用环境下或者在长时间未使用时都有一定的漂移，导致电极斜率、零点不同，需要使用标准缓冲溶液重新标定。

用户事先准备标定用的 pH 标准缓冲溶液，可以选购我公司生产的标准缓冲溶液、或者自己配置（**标准缓冲溶液的制备请参考附录一**）。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。仪器最多支持二点标定。

一点标定是只采用一种 pH 标准缓冲溶液对电极系统进行标定，仪器把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。二点标定则选用二种 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。

本仪器具有自动识别功能，能识别 4.00pH、6.86pH、9.18pH 三种标液。用户标定前，必须选购或者自己配置标准缓冲液。

如果用户不是使用上述标准缓冲溶液，则可以将自动识别模式更换为手动识别，并且手动输入标准缓冲溶液在当前温度下的 pH 值，同样可以完成标定。

标定的基本操作步骤如下：

- 准备 1~2 种标准缓冲溶液（自己配置或者选购）。
- 将 pH 复合电极插入仪器的相应测量电极插座内；
- 在仪器的起始状态下，按“标定”键并确认后即可进入标定状态。
- 将 pH 复合电极用蒸馏水清洗干净，放入任意 pH 标准缓冲溶液中。

- 如果有必要，按“设置”键输入当前的温度值；
- 仪器显示测量的 pH 值、电位值，以及当前的识别模式、自动识别出来的标称值。
- 当显示的 pH 值读数趋于稳定后，按“确认”键，仪器计算标定数据，并切换到标定结果页，显示标定结果。用户此时按“取消”键即可结束标定，则一点标定结束并返回起始状态。如果按确认键，则仪器进入二点标定状态（稍等，也将自动进入二点标定状态）。
- 重复前面的步骤，将 pH 复合电极用蒸馏水清洗干净，放入另一种 pH 标准缓冲溶液中。等读数稳定后，按确认键，仪器存贮标定结果，退出标定。
- 在标定过程中，用户随时可按“取消”键结束标定，返回起始状态。
- 仪器具有自动识别功能。
- 仪器支持手动识别方式。对于不属于常规的标准缓冲溶液，如果用户事先知道其标准 pH 值与温度的对应关系，则可以用手动识别方式，通过手动输入标称值的方式，标定电极斜率。

## 2.6.4 标定滴定管系数

通常，每支滴定管在出厂前都进行过滴定管系数的标定，滴定管系数标注在滴定管上，用户直接输入即可使用，如果用户发现滴定管添加体积偏差过大，认为有必要程序标定滴定管系数，则可以参考下面的步骤进行。

- 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）。

- 按实际安装的滴定管类型,设置好相应的滴定管并将滴定管系数设置为 100.00% (**具体设置参见设置滴定管**章节)。
- 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”键选择手动滴定模式。如果是 10mL 滴定管,则将预加体积设置为“10mL”;如果是 20mL 滴定管,则将预加体积设置为“20mL”(并保证结束体积大于预加体积),设置完毕,按“确认”键开始滴定,仪器将一次把满滴定管蒸馏水推入称量瓶内,再用天平称量。
- 按下式计算滴定管系数。

$$f = \frac{(g_2 - g_1) \times K_t}{V_0} \times 100\%$$

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;

$K_t$ ……当前温度下滴定管的影响系数, mL/g (见附录四);

$V_0$ ……滴定管满度的体积。

- 得到滴定管系数后,再将滴定管系数设置为实际值。

## 2.6.5 清洗

在仪器起始状态下,按“清洗”键,即可进入清洗功能,图中数字表示需要清洗的次数。



按“▼、▲”键可以增加或减少清洗次数（或按“设置”键直接键入清洗次数）。设置完毕，按“清洗”键（或者确认键）开始清洗。清洗完毕，自动返回起始状态。

在仪器清洗过程中，用户随时可按“终止”键终止清洗。



清洗显示示意图（图 14）

## 2.6.6 补液

在仪器起始状态下，按“补液”键并确认后即可开始补液。

补液完毕，仪器自动返回起始状态。在仪器的补液过程中，用户随时可以按“终止”键终止补液。

**注意：每次滴定结束，仪器也会自动执行补液过程。**

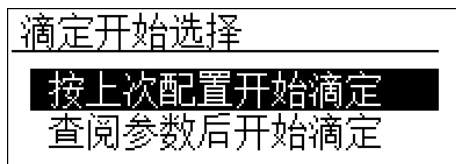
## 2.7 滴定功能

本仪器提供以下几种开始滴定的方法：预设终点滴定、手动滴定等，每种滴定最多支持 5 个终点的样品。

在仪器起始状态下，按“滴定”键，即可开始滴定。

为方便用户使用，仪器提供了两种开始滴定的方法：

- 1、 如果用户已经进行过滴定，不需要修改参数，则可以选择“按上次配置开始滴定”，仪器将直接按照上次的滴定参数开始滴定。
- 2、 反之，用户可以查看、修改滴定控制参数，然后开始滴定。仪器采用导航方式，方便用户查看。



滴定开始选择显示示意图（图 15）

**注意：**滴定开始后，前一次的滴定数据、滴定结果将自动删除。

### 2.7.1 检查滴定模式

滴定开始前，用户需要检查滴定模式、滴定类型参数。

- 滴定模式参数：预设终点滴定模式、手动滴定模式
- 滴定类型参数：mV 滴定类型、pH 滴定类型。



检查滴定模式显示示意图（图 16）

### 2.7.2 检查标定结果

如果用户选择 pH 滴定类型，则 pH 电极斜率可能有用。用户可以在此重新标定电极斜率。如果是 mV 滴定类型，则可以忽略。



检查标定结果显示示意图（图 17）

## 2.7.3 检查预加体积，结束体积

本导航页包括预加体积、结束体积、滴定前搅拌时间、下次添加体积、添加次数、添加后延时等参数。

- **预加体积** 对应不同的滴定体系，如果用户知道滴定终点大概消耗体积量，为了加快滴定速度，仪器允许用户在滴定开始前预加部分体积。本参数控制滴定开始时第一次自动添加的体积量。
- **结束体积** 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，您最好设置结束体积（最大添加体积）。仪器在滴定过程中，会自动判断总的添加体积，一旦发现添加量超过设定的结束体积量时，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操作即可。
- **滴定前搅拌** 通常，滴定都需要搅拌。为方便用户使用，仪器允许用户设置滴定前的搅拌时间。滴定开始前，仪器将打开搅拌器，搅拌设置的时间后再开始正式滴定。
- 如果是手动滴定模式，为了方便用户使用滴定仪，仪器支持多次重复添加的功能。比如，用户需要添加 0.02mL 100 次，每次添加后等待 3 秒，则可以用本功能实现。





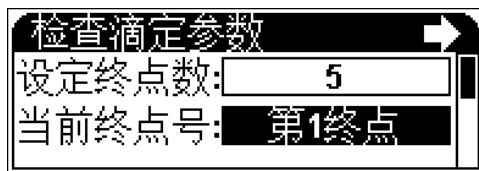
检查预加体积等显示示意图 (图 18)

## 2.7.4 检查滴定参数

对应不同的滴定模式, 由于控制方式不同, 因此有不同的滴定控制参数。

预设终点滴定模式包含设定的终点数、以及对于每个终点具体的预控点、终点、终点延时时间。

手动滴定模式包括设定的终点数、以及对于每个终点具体的突跃类型、突跃量。



检查滴定参数显示示意图 (图 19)

- 设定的终点数 本参数指示本次滴定的最大终点数量。如设置为 1 个, 则在滴定过程中发现 1 个终点后, 滴定即结束。本仪器最大支持 5 个终点。
- 终点 本参数对应预设终点滴定。用户事先需已知滴定终点值, 手动设置。
- 预控点 本参数对应预设终点滴定。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。预控点是指由快速滴定转到慢速滴定的转换点,比如,用户将预控点设置为 100mV,则仪器将在 100mV 处由快速滴定转成慢速滴定。

以下举例说明预设终点滴定参数设定方法,以供参考。

例 1. 对一个终点的滴定

例如: 终点电位 A 为 595mV, 预控点电位 B 为 490mV, 滴定开始电位 C 为 300mV。A 大于 B, 则 **A 必须大于 C**, 否则在开始滴定时仪器显示预控点设置错误, 无法继续滴定。仪器允许 B 小于 C (如 C 为 550mV), 仪器将直接开始慢速滴定。同理, 当 A 小于 B, 则 **A 必须小于 C**。

例 2. 对二个终点的滴定

例如: 第一个终点电位 A1 为 595mV, 第一个预控点电位 B1 为 490mV, 第二个终点电位 A2 为 800mV, 第二个预控点电位 B2 为 700mV, 滴定开始电位 C 为 300mV。A1 大于 B1, 则 **A2 必须大于 B2**, 且 **A2 必须大于 A1**。若 A2 小于 B2 (如 B2 为 900mV) 仪器显示预控点设置错误, 必须重新进行设置。若 A2 小于 A1 (如: A2 为 500mV), 则仪器不显示“开始”字样, 需重新设置各参数, 因为滴定时仪器从第一个

预控点电位 490mV 向上升找到第一个终点电位 595mV，无法再从 595mV 向下降找到第二个终点电位 500mV。同时 **A2 必须大于 C**，否则在开始滴定时仪器显示预控点设置错误，无法进行滴定。同理，当 A1 小于 B1，则 **A2 必须小于 B2**，**A2 必须小于 A1**，且 **A2 必须小于 C**。

例 3. 对二个以上终点的滴定  
原理同“二个终点的设定”。

**注意：**

1、 在设置多个终点的参数时，几个终点的终点和预控点的方向必须一致，相应的次序也不能颠倒，否则仪器可能无法完成滴定。

比如：用户选择二个终点的滴定，设置第一个终点为 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、 如果滴定开始时电位值为 100mV，而终点设置为 500mV，预控点设置为 600mV，则预控点设置错误，但如果将预控点设置为 50mV 是允许的，仪器一开始就进入慢速滴定。

3、 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。

■ 突跃类型、终点突跃量

本参数对应手动滴定模式。

终点突跃量是仪器最终判断终点的依据，分大、中、小、自定义等。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（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”）。如果无法实现，可以设置突跃类型为“自定义”，然后修改具体的终点突跃值。

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大突跃、中突跃、小突跃、自定义。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”，

如果用户希望了解每个终点对应的终点突跃量

大小，那么，可以依次切换“终点参数”值依次查看，仪器将依次显示对应终点相对应的终点突跃量。

**注意：**

**1.突跃量是添加前后电位与添加体积的一次微分值，突跃量的大小与添加体积的大小相关。比方，前一次用 0.02mL 添加得到的突跃量为 200mV/mL，如果本次用 0.01mL 添加，则得到的突跃量将大大超过 200mV/mL，用户在设置参数时千万注意！**

**2、进行 mV 滴定与 pH 滴定得到的突跃量是完全不同的，两种相差达 60 倍左右！用户在设置参数时同样注意。**

## 2.7.5 检查样品、滴定剂参数

本导航页设置样品、滴定剂参数。



检查样品滴定剂显示示意图（图 20）

### ■ 滴定剂浓度参数

如果用户事先知道添加的滴定剂浓度值，则可以设置此参数。本参数在最后滴定结束时参与计算样品浓度。

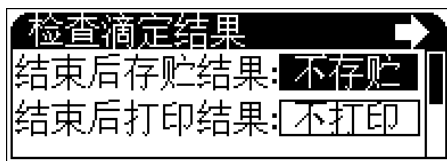
### ■ 样品体积参数



如果用户事先知道样品的体积量，则可以设置此参数。本参数参与计算样品的浓度值。

## 2.7.6 检查滴定结果参数

本导航页设置滴定结果参数，包括滴定结束后是否存贮、是否直接打印等。



检查滴定结果显示示意图（图 21）

## 2.7.7 检查其他参数

本导航页设置滴定的搅拌参数等。



检查其他参数显示示意图（图 22）

## 2.7.8 开始预设终点滴定

选择滴定模式为“预设终点滴定”，设置相关参数后，按“确认”键即可开始滴定。

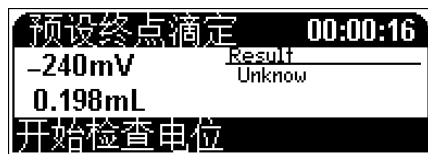
仪器显示有滴定分析时间、滴定类型、当前测量的电位值（或 pH 值）和已添加的体积量。

在滴定过程中，仪器将自动进行采样、溶液的添加、终点判断等过程，当仪器找到一个滴定终点后，会鸣叫三声，提醒

用户，并显示出终点对应的体积值、电位值（或 pH 值）。

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，可按终止键，终止滴定。

如果仪器发现已添加过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。



预设终点滴定显示示意图（图 23）

#### 注意：

- 1、在进行 pH 类型滴定前，建议用户先进行电极标定。
- 2、如果仪器已经发现 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操作。

### 2.7.9 滴定结束后的操作

滴定结束后，仪器自动完成补液过程。如果仪器找到终点，仪器将跳转到显示滴定结果页，此时用户可以存贮、打印滴定结果。



滴定结束显示示意图（图 24）

终点的浓度值是按照以下公式计算的:

$$C = \frac{C_s \cdot V_{ep}}{V_0}$$

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。

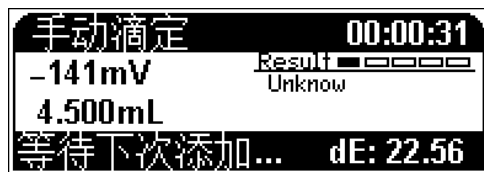
## 2.7.10 开始手动滴定

手动滴定模式是用户自己手动添加、添加后自己判断电位稳定并自己决定是否再次添加的用户完全参与的一种滴定模式。

选择滴定模式为“手动滴定”，设置相关参数后，按“确认”键即可开始滴定。

用户应该由上一次添加后电位的变化情况决定下一次的添加，添加多少，然后重复。本滴定方法对应特殊的、陌生的滴定体系比较有用，用户可以手动研究滴定过程。

仪器显示有滴定分析时间、滴定类型、当前测量的电位值（或 pH 值）和已添加的体积量、上次添加后的突跃量。



手动滴定显示示意图（图 25）

仪器在添加完设置好的体积量后，会自动计算、判断突

跃量、寻找终点，如果发现终点则提示用户，如果已发现所有的终点，则滴定结束，否则仪器将始终等待用户的进一步操作，直到用户终止滴定或者达到用户设定好的结束体积为止。

在添加过程中，用户应等待仪器显示的电位或 pH 值稳定后再继续添加下一次体积量，以保证仪器采样的准确，自动找出终点来。仪器一旦找到一个终点，将在显示屏提示终点对应的消耗体积量和终点电位(或 pH 值)。

每次添加结束后，仪器将提示“等待下次添加...”字样，此时用户可以按“确认”键再次添加，按“设置”键改变添加体积、添加次数等。



手动滴定中设置显示示意图（图 26）

滴定过程中，用户随时可以按“取消”键终止滴定。

### 2.7.11 手动滴定结束后的操作

滴定结束后，用户可以存贮滴定、打印输出结果。

## 2.8 查阅功能

仪器支持查阅功能，可以查阅上次滴定数据、上次滴定结果、查阅存贮的结果。

在仪器的起始状态下，按“查阅”键选择相应选项即可。

### 2.8.1 查阅上次滴定数据

每次滴定开始后，仪器会自动记录整个滴定过程，滴定结束后，用户可以查阅全部滴定数据（由于限制，仪器最大可以存贮 300 个滴定数据，超过 300 个将自动覆盖）。在下次滴定开始前或者断电前，用户可以随时查看，关机或者进行下次滴定后，数据将被替换。

用户可以按“▼/2、▲/8”键翻页查看详细的数据，分析滴定过程，按“输出”键打印滴定数据。

上次滴定数据				Num:108
No.001	0.000mL	-243mV	3.828	
No.002	0.100mL	-242mV	3.828	
No.003	0.200mL	-240mV	21.45	
No.004	0.300mL	-238mV	21.45	
No.005	0.400mL	-236mV	21.45	

查阅上次滴定数据显示示意图（图 27）

### 2.8.2 查阅上次滴定结果

每次滴定开始，仪器将自动记录滴定的控制参数和一些相关信息，包括滴定模式、滴定类型、滴定开始时间、滴定结束时间、操作者、搅拌速度、滴定管类型、滴定管系数、滴定剂浓度、样品体积、终点数，以及相关的浓度值等，仪器将分类显示上述参数，用户翻页查看即可。

上次滴定结果	结果1
滴定模式:预设终点滴定	终点电位: -56mV
终点数:2	终点体积: 5.200mL
	滴定结果: 2.6000e+00mol/L



查阅上次滴定结果显示示意图 (图 28)

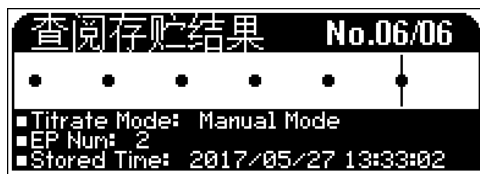
此时,用户可以按“存贮”键存贮滴定结果;按“打印”键打印滴定结果。

### 2.8.3 查阅存贮的滴定结果

仪器允许存贮 20 套符合 GLP 规范的滴定结果。

在仪器的起始状态下,按“查阅”键选择查阅存贮结果项,可查阅存贮的滴定结果。

为方便用户查看,仪器直观地用图形方式显示存贮结果,显示如图,图中表示存贮的结果数为 6 个,指示条对应查阅第 6 个存贮结果,下方显示第 6 个结果的简要信息,包括滴定模式、发现的终点数、存贮的时间等



查阅存贮结果显示示意图 (图 29)

用户按“查阅”键查看详细的滴定结果,按“打印”键可以打印输出存贮的滴定结果。

## 2.9 打印输出功能

仪器采用标准 RS-232 接口作为打印口，用户如果选购串行打印机，建议选购一行打印字符在 24 个以上的打印机。

仪器支持打印上次的滴定数据、上次的滴定结果、存储的滴定结果等。在查阅状态下，按“输出”键，确认后完成打印。

滴定数据输出格式大约如下：

```
*****
Model: ZDJ-3A Auto Titrator
SW Version: VER 1.00
Print Time: 2017/05/26 10:16:39
Operator No.:001
-----
Titrate Data Num:                                108
No.001      0.000mL      -243mV      3.8
No.002      0.100mL      -242mV      3.8
No.003      0.200mL      -240mV      21.4
No.004      0.300mL      -238mV      21.4
No.005      0.400mL      -236mV      21.4
No.006      0.500mL      -234mV      21.4
No.007      0.600mL      -232mV      21.5
No.008      0.700mL      -229mV      21.4
No.009      0.800mL      -227mV      21.4
```

滴定结果输出格式大约如下

```
*****
Model: ZDJ-3A Auto Titrator
SW Version: VER 1.00
Print Time: 2017/05/25 11:42:38
Operator No.:001
-----
Stored Num:                                004
Stored No.:                                04
-----
Titrate Mode:                               EndSet Mode
Type:                                       mV Type
Start Time:                               2014/06/18 12:13:10
End Time:                                  2014/06/18 12:14:15
-----
Burette Type:                               10mL Burette
Burette Factor:                             99.98%
Stirrer Speed:                              25
-----
Sample Size:                               10.000mL
Titrant Conc:                              5.0000mol/L
-----
EP Num:                                     2
EP 1
                                           -56mV
                                           5.200mL
                                           2.6000e+00mol/L
EP 2
                                           173mV
                                           10.200mL
                                           5.1000e+00mol/L
*****
```

**注意：**

- 1、断开仪器和打印机的电源后才能连接仪器至打印机。
- 2、仪器使用标准的 RS232 通讯，其格式为：9600, n, 8, 1，即 9600bps 波特率，无奇偶校验，8 位数据位，1 个停止位。

## 3 仪器的维护

### 3.1 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。
- 滴定开始前，请将 Q9 短路插头从电极插座上取下，放置在干燥的地方。
- 滴定结束后，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  $\text{AgNO}_3$ )，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  $16^\circ\text{C}$ ，否则会产生结晶，损坏阀门。

### 3.2 常见故障排除

常见故障排除见附录三。



## 4 附件信息

- 1 ZDJ-3A 型自动电位滴定仪 1 台
- 2 附件一套，以随机装箱单为准

## 5 附录

### 附录一 pH 标准缓冲溶液的制备

#### 1. pH 标准缓冲液 A (pH4.00, 25℃)

称取先在 110℃~130℃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℃)

分别称取先在 110℃~130℃干燥 2~3 小时的磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) 3.388g 和磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) 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℃)

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。

## 附录二 串口打印机的选择参考

不管选择什么样的打印机，要连接仪器支持打印，有两点必须满足：

- 1、打印机支持标准 RS232 接口；
- 2、打印机设置为 9600, n, 8, 1，即 9600bps 的波特率，无奇偶校验，8 位数据位，1 个停止位。

通常，支持 RS232 标准的打印机有两大类，一类为热敏打印机，主要在快餐店、药店、零售百货店等使用的打印机，打印快速，但是不利于长时间保存，用手一掐就会模糊；另一类为普通针式打印机，需要安装色带，打印速度偏慢，声音响，但是由于墨水的使用，可以较长时间保存，对应比较重要的数据，可以选用这类打印机。

下面是用户可以参考选用的打印机，仅供参考。

- 1、爱普生 U228：针式打印机
- 2、中琦 AB-210K、AB-220K 、AB-300K：针式打印机
- 3、广州天芝电子科技有限公司 TT-POS58G TT-210K：热敏打印机
- 4、佳博 80160IIN：热敏打印机

## 附录三 故障现象与故障排除表

现象	故障原因	排除方法
开机没有显示	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 没有电源</li> <li>● 保险丝坏</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 检查电源</li> <li>● 更换同一型号保险丝</li> </ul>
MV 测量不正确	电极性能不好	更换好的电极
PH 测量不正确	同上	同上
打印机不打印或不正确	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 打印机电源没接</li> <li>● 打印线没连接</li> <li>● 打印机设置错误</li> <li>● 打印机选择错误</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 连接打印机电源</li> <li>● 连接好打印机连线</li> <li>● 设置打印机 9600, n, 8, 1</li> <li>● 更换打印机</li> </ul>
手动滴定找不到终点	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 终点突跃太小</li> <li>● 滴定剂或样品错误</li> <li>● 电极选择错误</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 降低突跃档次</li> <li>● 更换滴定剂或正确取样。</li> <li>● 正确选择电极</li> </ul>
手动滴定找到假终点	手动滴定参数设置不合适	将突跃设置为“大”
预设终点滴定错误 <ul style="list-style-type: none"> <li>● 二个以上终点时,参数设置完毕后,无法进行滴定</li> <li>● 滴定时,显示“预控点设置错误”</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 参数设置错误</li> <li>● 参数设置错误</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 重新设置正确的参数</li> <li>● 重新设置正确的预控点</li> </ul>
搅拌器不转	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 搅拌速度设置错误</li> <li>● 溶液杯内没放搅拌珠</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 加快搅拌速度。</li> <li>● 放置搅拌珠</li> </ul>
输液管有气泡	输液管接口漏液	安装好输液管
机械动作不正常	滴定管安装不正确	安装好滴定管
电极标定错误	<ul style="list-style-type: none"> <li>● pH 电极性能差</li> <li>● 缓冲液配制错误</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>● 更换 pH 电极</li> <li>● 重新配制缓冲液</li> </ul>

附录四 常用玻璃量器衡量法  $K(t)$  值表

水温 $t/^\circ\text{C}$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
15	1.00200	1.00201	1.00203	1.00204	1.00206	1.00207	1.00209	1.00210	1.00212	1.00213
16	1.00215	1.00216	1.00218	1.00219	1.00221	1.00222	1.00224	1.00225	1.00227	1.00229
17	1.00230	1.00232	1.00234	1.00235	1.00237	1.00239	1.00240	1.00242	1.00244	1.00246
18	1.00247	1.00249	1.00251	1.00253	1.00254	1.00256	1.00258	1.00260	1.00262	1.00264
19	1.00266	1.00267	1.00269	1.00271	1.00273	1.00275	1.00277	1.00279	1.00281	1.00283
20	1.00285	1.00286	1.00288	1.00290	1.00292	1.00294	1.00296	1.00298	1.00300	1.00303
21	1.00305	1.00307	1.00309	1.00311	1.00313	1.00315	1.00317	1.00319	1.00322	1.00324
22	1.00327	1.00329	1.00331	1.00333	1.00335	1.00337	1.00339	1.00341	1.00343	1.00346
23	1.00349	1.00351	1.00353	1.00355	1.00357	1.00359	1.00362	1.00364	1.00366	1.00369
24	1.00372	1.00374	1.00376	1.00378	1.00381	1.00383	1.00386	1.00388	1.00391	1.00394
25	1.00397	1.00399	1.00401	1.00403	1.00405	1.00408	1.00410	1.00413	1.00416	1.00419