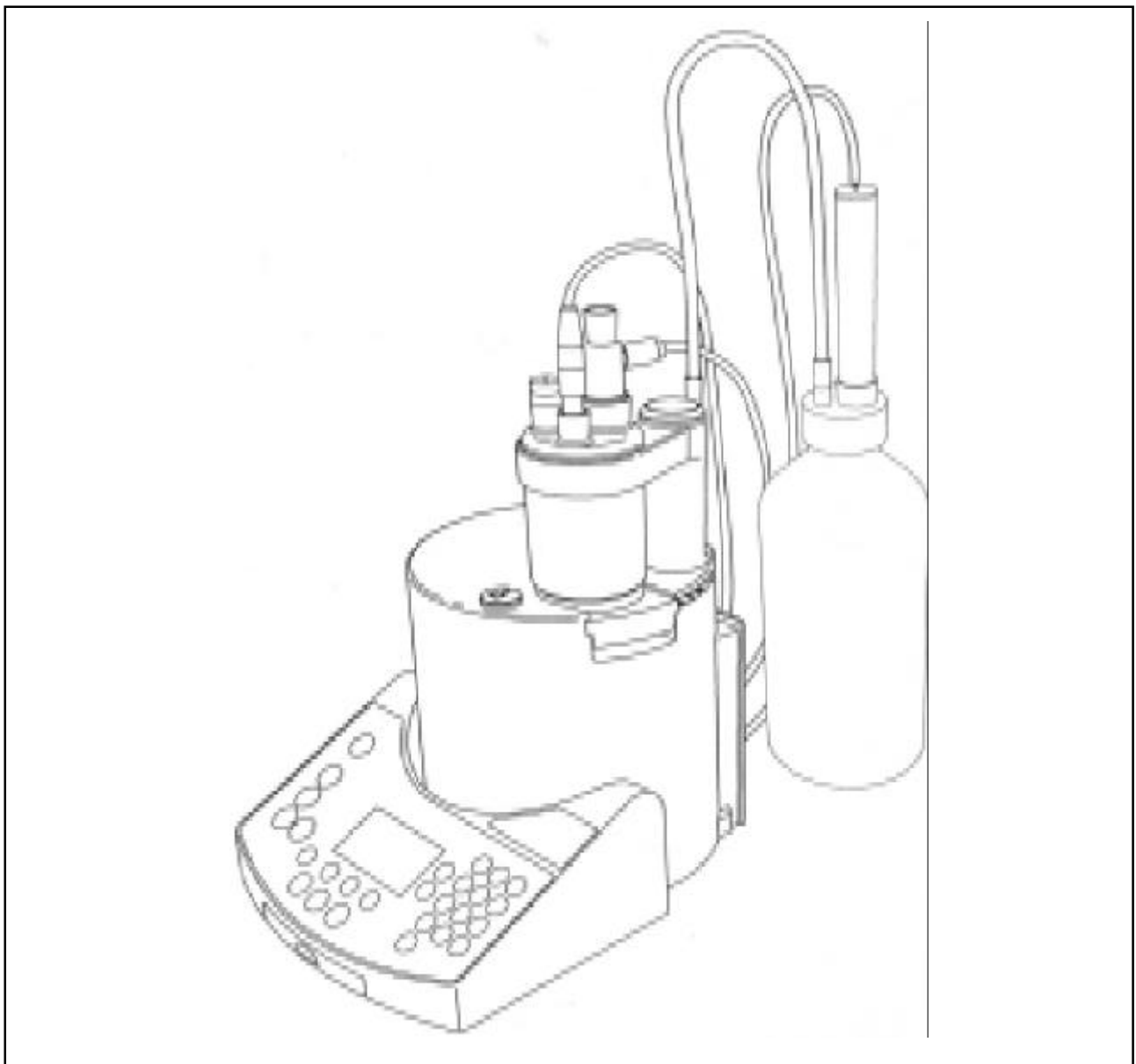


操作手册

梅特勒-托利多 DL32/39卡尔菲休库仑法滴定仪



目 录

	页码
1 DL32 / DL39 卡尔菲休库仑法水份测定仪	7
1.1 信息来源	7
1.2 测量原理——库仑法水份滴定	8
2 安全措施	9
2.1 人身安全保护措施	9
2.2 操作安全保护措施	9
3 库仑法水份测定仪	10
3.1 操作准备	11
3.2 操作理念	11
3.2.1 箭头键	12
3.2.2 命令键	12
3.2.3 <Reset>(复原) 键	13
3.2.4 <i>(存储) 键	13
3.2.5 菜单键	13
3.2.6 辅助功能键	14
3.2.7 输入键	14
3.3 更改显示语言	15
4 设定	16
4.1 主要方法 (仅限 DL39)	16
4.2 外围设备	17
4.2.1 打印机	17
4.2.2 天平	18
4.2.3 滴定台	18
4.2.4 电解槽	19
4.2.5 电脑	19
4.2.6 Stromboli 卡氏炉样品转换器	19
4.3 设定	20
5 方法	22
5.1 卡尔菲休标准方法	23
5.2 卡尔菲休方法参数	24
5.2.1 方法编号	24
5.2.2 方法标题	24
5.2.3 样品参数	24
5.2.4 搅拌速率	24
5.2.5 搅拌时间	24
5.2.6 自动启动 (仅限 DL39)	25
5.2.7 控制参数	25

5.2.8	终止参数	25
5.2.9	空白	26
5.2.10	漂移	26
5.2.11	结果（仅限 DL32）	26
5.2.12	第一次计算（仅限 DL39）	26
5.2.13	第二次计算 / 第三次计算（仅限 DL39）	27
5.2.14	待机	27
5.2.15	报告	27
5.2.16	方法作者	27
5.3	存储步骤	28
5.4	用户方法和梅特勒方法（仅限 DL39）	30
5.5	梅特勒方法“914 溴指数”和“915 溴空白”（仅限 DL39）	31
5.6	梅特勒方法“912 Stromboli”（仅限 DL39）	33
6	进行分析	35
6.1	启动某一方法	35
6.1.1	菜单程序到待机方式（卡尔菲休方法）	36
6.1.2	待机方式	37
6.2	样品测定	38
6.2.1	天平传输重量值	41
6.2.2	后消耗	41
6.2.3	计算	41
6.2.4	系列样品测试的统计计算（仅限 DL39）	42
6.3	空白值测定	43
6.4	漂移测定	43
6.5	溴指数的测定（仅限 DL39）	44
6.6	联用 Stromboli 卡氏炉样品转换器测定样品（仅限 DL39）	45
7	辅助功能（搅拌器，泵，结果）	47
7.1	搅拌器	47
7.2	泵	47
7.3	结果	48
7.3.1	全部结果	48
7.3.2	重新计算	49
7.3.3	报告	50
7.3.4	计算（仅限 DL39）	50
7.3.5	统计计算（仅限 DL39）	51
7.3.6	系列样品测试的统计计算（仅限 DL39）	52
8	信息菜单（<i>）键	53
9	出错信息和故障	54
9.1	库仑仪的出错信息	54

9.2	其它异常和故障现象	56
9.3	检查硬件	57
9.3.1	用户接口	57
9.3.2	外围设备接口	57
9.3.3	输入和输出	58
10	安装和保养	59
10.1	安装滴定台	59
10.2	安装废液瓶	60
10.3	磁力搅拌器、电极和其它装置的连接	61
10.4	保养和维修	62
10.5	TTL 输入和输出的使用（仅限 DL39）	63
11	标准件和选配件	65
11.1	标准件	65
11.2	选配件	66
12	技术数据	68
索引		73

1 DL32/DL39卡尔菲休库仑法水份测定仪

梅特勒 - 托利多 DL32/DL39 卡尔菲休库仑法水份测定仪是微处理器控制的分析仪器，利用它能简便、快速可靠地进行卡尔菲休库仑法水份测定仪和溴指数测定。

你能把天平，梅特勒 - 托利多 GA42 打印机和电脑连接到相应的 RS-232C 接口上，还能把 EPSON 或 HP 兼容打印机连接到 Centronics 接口，并能把梅特勒 - 托利多的 Stromboli 卡氏炉样品转换器连接到 DL39 的 TTL 接口。

该库仑仪具有内置的教学文本，它能使你很快熟悉仪器的操作和使用方法。

两种型号的库仑仪的操作方法相同，在有关章节中会对它们之间的硬件和软件差异进行说明。

本操作手册对应 1.1 以上软件版本。

1.1 信息来源

本操作手册和仪器内置的帮助文字提供了两种库仑仪的功能使用方法的完整说明。本手册还对某些参数作了必要说明。

在内存卡上能找到菜单和操作方法的简短概要。

应用手册解释了卡尔菲休库仑法水份测定仪的理论基础，还说明了 DL39 内存的梅特勒方法。

库仑仪的帮助文字能提供你更多信息或指引你查阅操作说明和应用手册。

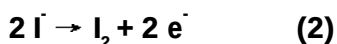
你能从电脑接口的说明中找到库仑仪与电脑之间的通信方法。

1.2 测量原理——库仑法水份滴定

当依据卡尔菲休方法测定水份含量时，在存在乙醇和碱的情况下，水会按照下列化学反应式与碘和二氧化硫进行化学反应。



就容量滴定而言，碘是作为滴定剂加入的。而在进行库仑滴定时，碘是通过电化学方法氧化电解槽而产生的。



只要电解液中存在水，所产生的碘就会按照化学反应式（1）进行化学反应。 I_2 和 H_2O 会互相以 1:1 的基数进行化学反应。依据法拉第定律，所产生的碘数量是与电荷量成正比的（ $10.72\text{mC} \approx 1 \mu\text{gH}_2\text{O}$ ），因此可把电流消耗量作为测量水份含量的基础。

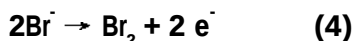
一旦所有的水都参与了化学反应，那么少量过量的碘就会在电极的阳极区域形成。利用极化电极可测出碘过量，电流停止流动，不再有碘产生。

梅特勒 - 托利多公司提供含或不含隔膜的两种电解槽。这两种电解槽的碘产生和探测情况是相同的。在应用手册中说明了这两种电解槽的适用范围。

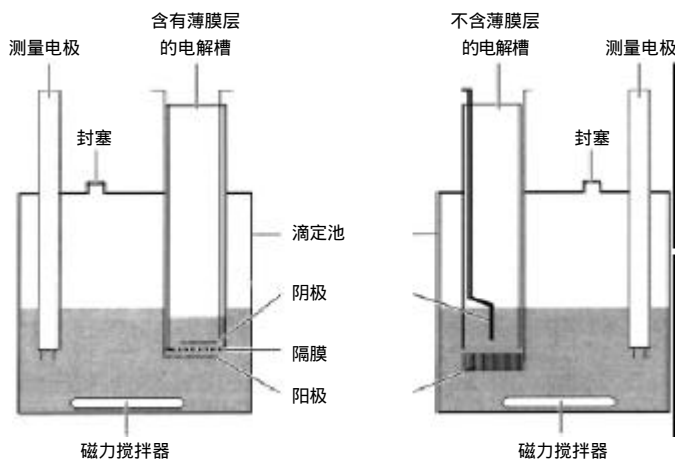
在库仑法测定溴指数中，电化学方法产生的溴会与有机化合物的双键发生下列化学反应：



由此可见，溴是在电解槽的正极产生的：



按照化学方程式（3），溴指数（毫克溴 / 100 克样品）指示了在某一样品的化学变化中消耗了多少溴。



2 安全措施

滴定仪按本手册中所述之实验和预期目的进行了两方面测试。但是，这并非表明您自身不负责对我们提供的产品在方法及您预期目的满足程度这两方面进行测试。因此您需要遵守下列安全保护措施。

2.1 人身安全保护措施



电击危险符号

- 确保您的电源线插入的插座已经接地！如未接地，可能导致人身死亡事故。



爆炸危险符号

- 请勿在有爆炸危险性的环境内工作！仪器外壳并非完全气闭（存在因火星、进入气体产生的腐蚀等造成的爆炸可能性）。
- 使用化学品和溶剂时，请遵照制造商的使用指导和通用的实验室安全规范！

所有卡尔菲休试剂都易燃并有毒性。

- 如果不慎使皮肤接触了试剂，应立即用大量的水进行冲洗！
- 如果不慎使眼睛接触了试剂，应立即用大量的水进行冲洗，并向医生求诊！

2.2 操作安全保护措施

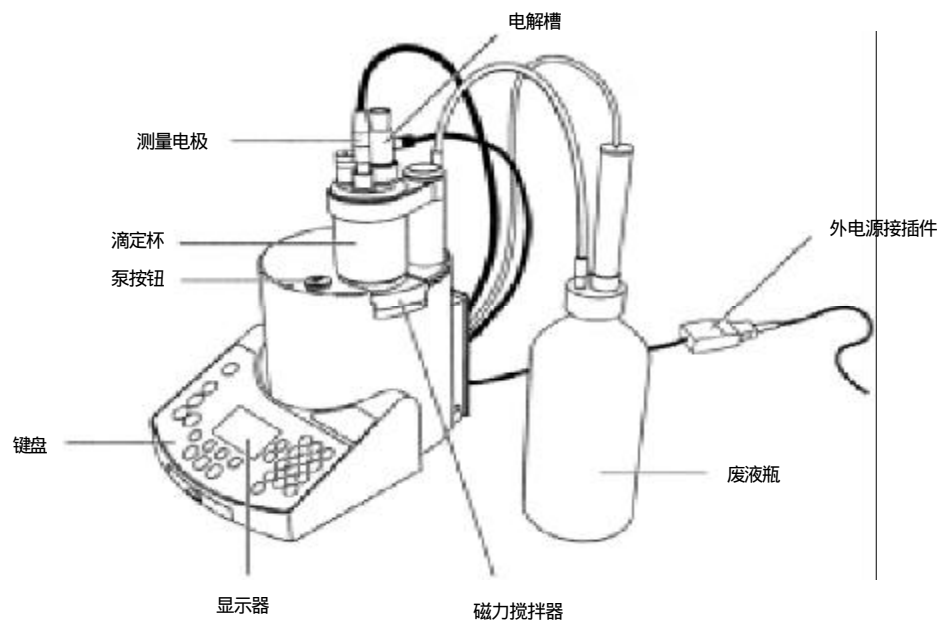


注意符号

- 请将仪器仅送至梅特勒-托利多维修部门进行维修！
- 请立即擦去溅上仪器的液体！仪器并不防水。
- 请排除以下环境影响因素：
 - 强烈振动
 - 阳光直射
 - 环境湿度高于 80 %
 - 温度低于 5℃或高于 40℃
 - 强大的电场或磁场！

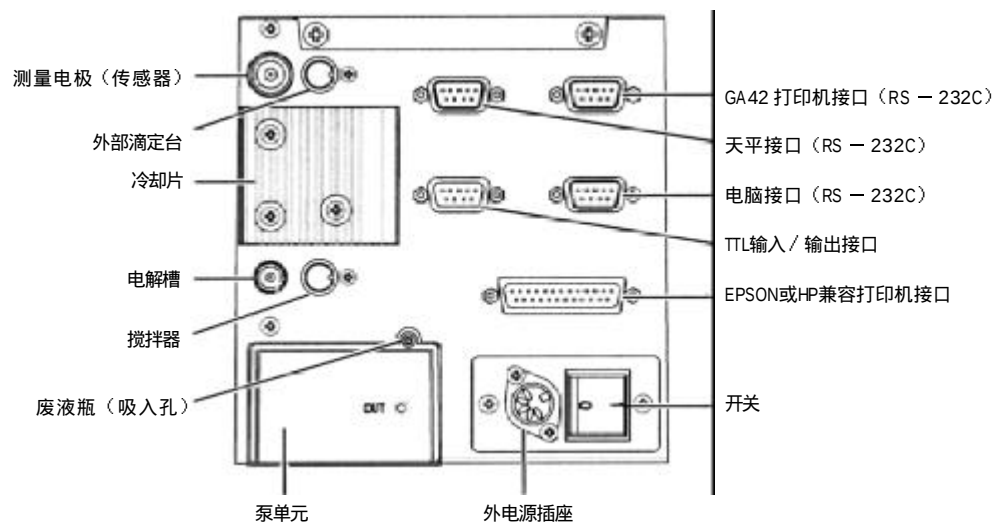
3 库仑法水份测定仪

图 1



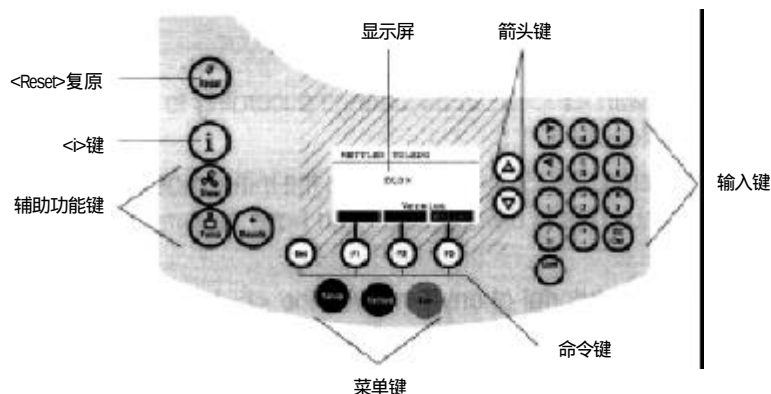
仪器后视图（各接插件的排布）

图 2



3.1 操作准备

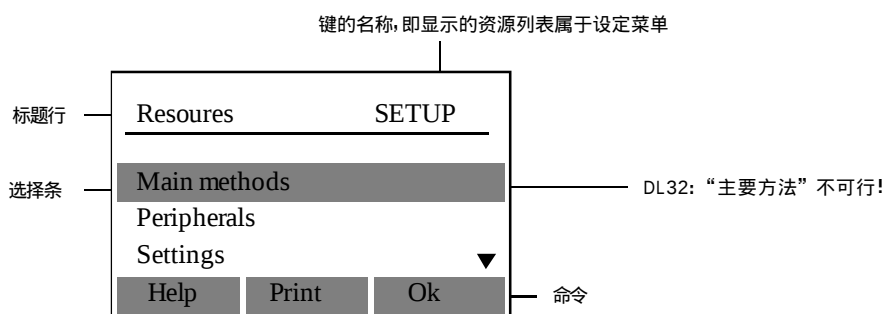
- 接入电源，启动库仑仪。滴定仪在显示其名称（如 DL39）之前进行自检。



都能在打开滴定仪之后启动<F3>命令键、“HELLO!”、<i>键和所有菜单键及辅助功能键的作用了。

3.2 操作理念：

- 例如：按下<setup>（设定）键



现在能启动<复原>键以及箭头键和命令键。

OK （按下“F3”键）：出现所选择的资源列表。

Print （按下“F2”键）：打印所选择的资源列表（如果已经定义了打印机）。

Help （按下“F1”键）：出现有关所选资源的信息。

3.2.1 箭头键

▲▼ 所有信息无法全部显示，则出现箭头符号。当你按下显示器旁的箭头键时，显示行会向上或向下滚动。选择条是固定不动的。按“Shift”键和“ ”键或“Shift”键和“△”键，可整页翻动显示内容，仪器始终执行选择条所指示的命令。

3.2.2 命令键

以“F1”...“F3”行使的命令因所对应的菜单选项的不同而改变。有必要对下述命令进行解释：

Hello! 仪器到货时，初始页面内的“METTLER TOLED”会把“F3”命令指派（初用指导）给一个指导菜单。如果借助该指导完成了第一次滴定分析后，该菜单会被删除。

注意：利用“i”键可在任何时候调用指导菜单。

OK 该命令始终可确认：

- 想要浏览的内容，
- 已浏览或输入的内容，
- 希望执行某一选择项目。

Modify 如果出现该命令，则表明：

- 会显示出能够或必须修改的子菜单，
- 会显示出选择菜单，从中你能够或必须接受其值或名称，
- 能直接更换的某一现存的参数值或名称。

如果某一值只能采用键盘修改或输入，则“Modify”命令会消失。

ABC 当你在选择字母或符号时（例如为某一名称），总会出现该命令。在此情况下，只有在确认了“ABC”（按<F1>键）才能输入数字。

Help 出现所选资源的相关信息。

<Esc>（退出）键



如果对菜单或子菜单已进行了修改，则这些修改会被撤消，即原始数值 / 名称会保留下来。按<Esc>键能返回到先前的显示内容。

3.2.3 <Reset>(复原) 键



初始显示内容 (METTLER TOLEDO) 重新出现: 利用<Reset>键可终止分析或其它工作。未存储的数据会丢失。

3.2.4 <i>(存储) 键



利用此键能存储当前电解液反应能力的值、最新测定的漂移值, 最新的联用 Stromboli (以 METTLER 方法 912) 测定的空白值, 初用指导和用于检测滴定硬件的菜单。

3.2.5 菜单键

为了自动分析某一样品, 必须要存储所需的数据。就本滴定仪而言, 是把该数据指派给任务区 (菜单) 的, 并能用菜单键调用该数据。只有这些菜单之间的交互才有可能实现自动分析。



象“外围设备”和“设定值”之类的所有滴定分析需要的信息资源都被存储在<SETUP>菜单内, 且能对这些资源进行修改。



借助某一方法可测定样品。进行不同分析需要的所有方法都存储在<SETUP>菜单内, 且能对这些方法进行修改。

DL32 仅能存储一种方法。

DL39 能存储 50 种用户方法。



在“RUN”菜单中进行滴定分析。所调用的方法决定分析程序。

注意: 每个菜单被分成多个任务区域 (子菜单), 在操作说明书中, 它们是以各种菜单, 列表或显示页面的形式表示的。

3.2.6 辅助功能键

为了启动搅拌器、泵或重新计算结果，还把所需要的命令指派给各菜单。尽管这些功能与样品分析没有直接关系，但它却支持了这项工作，所以把它们称为辅助功能。按辅助功能键能执行相应功能。



能启动或关闭搅拌器，并能改变搅拌速率。



能从滴定池中吸出电解液并把它转注入到废液瓶。按<Pump>和<F3>键，“Start”或“Stop”就能把该电解液反应能力的值复原为初始值。



能浏览分析样品的结果列表，进行重新计算，改变统计评估值（仅限DL39），并打印出附加报告。

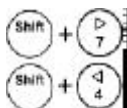
3.2.7 输入键



<Shift>键能输入数字键上部的字符

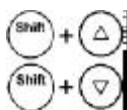
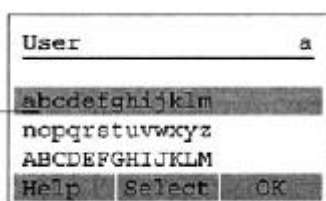


CE 能删除所有输入的数字 / 符号 / 字母
Del 能删除刚输入的数字 / 符号 / 字母



能向左或向右移动光标（仅在选择字母 / 符号时采用），见下例：

光标



向上移动显示 3 行，
向下移动显示 3 行。

3.3 更改显示语言

本测定仪所存储的显示语种有德语，英语，法语，西班牙语，意大利语和俄语。如果你尚未启动教学文本，而可采用的语言又比所显示的语言更容易理解，可按以下方法选择：



— 按<Setup>键。

— 同时按<Shift>键和< >箭头键使选择条下跳两行，选择“Setting”（设置）。

— 按<F3>键，“OK”。

— 反复按<F2>键（“Modify”）直到显示“Español(西班牙语)”（举例）。

按“OK”或<ESC>键返回“资源”页面。

OK 显示西班牙语。

Esc 显示英语。

4 设定

为了能进行滴定分析并把数据传送到外围设备，需要利用必须的信息资源来设定滴定。可在本菜单中确定并存储这些信息资源。

如果按<SETUP>键，会出现下面列表：

```
Main methods  (DL39 only)
Peripherals
Settings
```

能利用箭头键选择信息资源，并可利用<F3>、“OK”键打开子菜单。

4.1 主要方法（仅限 DL39）

在滴定仪出厂时，已指定<F3>启动“Hello！”初用指导，即你能立即选择其程序。在本菜单内能指定<F1>…<F3>各命令键启动方法或删除“Hello！”。

按<F3>、“OK”键，会出现下面的显示（以滴定仪交货时的情况为例）：

Main methods	SETUP
F1:	Free
Modify OK	

按<F2>、“Modify”键，会出现下面的显示：

Main methods	SETUP
User methods	
METTLER methods	
OK	

从用户方法列表（已设定的情况下）或 METTLER 方法列表（如 METTLER 912 Stromboli）中选择一种方法：

Main methods	SETUP
F1:	Method 912
Title:	Stromboli
Delete Modify OK	

按<F3>、“OK”键，会出现下面显示：

Main methods		SETUP
F2:	Free	
	Modify	OK

能选择某一方法以设置<F2>命令（按<F2>、“Modity”键），再用<F3>、“OK”键确认本显示，会出现下面显示：

Main methods		SETUP
F3:	Hello!	
Delete	Modify	OK

利用<F1>删除“Hello！”或用另一种方法（按<F2>、“Modity”键），将其替换。

4.2 外围设备

按<F3>、“OK”键会显示能通过 RS — 232C 接口或 Centronics 接口与库仑仪相连接的各外围设备的名称。必须在确定下列外围设备后才可能改变预设定。

Printer	None
Balance	None
Titrm stand	Internal
Computer	Not def.

4.2.1 打印机

按<F3>、“OK”键，会出现与库仑仪相连的打印机名称。

HP
GA42
EPSON
None

如果选择梅特勒—托利多 GA42 打印机，无需进一步设定。如果选择 EPSON 或 HP 兼容打印机，就必须输入下列设定（打印机的标准设定以粗体字打印）。

	HP- 兼容打印机	EPSON- 兼容打印机
类型	PCL3 + 或 PCL3	LQ / Stylus 或 LX/SX
打印纸	单页打印纸	单页 或连续打印纸
规格	A4 或 81/2*11	A4, 81/2*11" 或 81/2*12"
自动送纸	是	是 或否

类型 选择 “PCL3 +”, “PCL3”, “LQ / Stylus” 或 “LX / SX”
 打印纸 选择 “单页打印纸” 或 “连续打印纸”
 规格

- A4 (宽 = 21cm, 长 = 29.7cm)
- 81/2*11" 宽 = 81/2 英寸, 长 = 11 英寸)
- 81/2*12" 宽 = 81/2 英寸, 长 = 12 英寸)

自动送纸 选择 “是” 或 “否”。
 是 : 每份报告都以新一页开始;
 如果选择 “单页打印纸”, 在每页下角会打印出页数。
 否 : 在每二个独立的报告间会空出二行的间距。

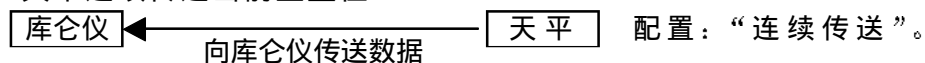
4.2.2 天平

Unidirect.

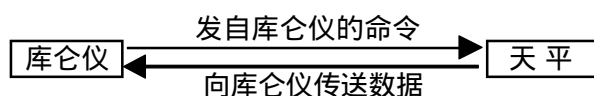
Bidirect.

None

单向传送: 天平连续传送当前重量值。



双向传送: 在库仑仪发出命令请求重量值的时, 天平传送当前重量值。



对于梅特勒—托利多的 AB、AG、AT 和 AX 天平, 总是选择 “双向传送” 的。

4.2.3 滴定台

Internal

External

能把梅特勒—托利多 DV705 卡氏滴定台作为外接滴定台。通过 DV705 可控制磁力搅拌器和泵。为了在外部滴定台上使用库仑测量池, 就一定要更换滴定托架 (参阅选用设备)。

4.2.4 电解槽

对电解槽而言（含或不含隔膜），是不需要进一步设定的。

注意：电解槽电流脉冲的最大值是 400mA。如果电解液的导电性差，那么由于这个原因就不能达到该最大值，因此库仑仪会把电流脉冲限制在 200mA 以下。

4.2.5 电脑

Defined

Not defined

如果连接了电脑，就必须选择“Defined”(已定义)，这样才能改变设定。

电脑的默认设置

```
Baudrate      4800
Parity         Even
Number of data bits 8
Number of stop bits 1
Character set  ASCII
Start/End      '{'/CR
```

波特率：选择 1200，2400，4800 或 9600。

奇偶校验：选择“偶”，“奇”或“无”。

数据位数：选择 7 或 8 位。

停止位数：选择 1 或 2 位。

字符集：选择“ASCII”或“DL”。

注意：如果选择“DL”，必须把数据位数规定为 8。

开始 / 结束：选择“'[/CR”或“STX/ETX”。

注意：在“电脑接口说明”中，能找到更多有关库仑仪与电脑间通信方面的信息。

4.2.6 Stromboli 卡氏炉样品转换器

如果已经把 Stromboli 卡氏炉样品转换器与 DL39 相连，就不需要进一步输入数据了。

4.3 设定

能为库仑仪选择或确定下列设定：

```
Language      English
User list
Date          26-08-2001
Time          10:20
Titrator-ID
Access for    Expert
Beep          Yes
Capacity [mg] 80
Pumping time [s] 60
```

语言	可选择英语，德语，法语，西班牙语，意大利语或俄语。
用户列表	按<F2>、“Modify”键，会出现一个定义过的用户名列表和一行空白（“...”），你能把某一新用户名输入其内。 按“ABC”键并输入你的名字。利用“Delete”键删除某一选中的用户名。你能选择你的用户名供方法编辑或进行分析用。
日期	能设定日期并选择。 <pre>Day 26 Month 8 Year 2001 Format 31-08-2001</pre>
格式	可选择“31/08/2001”，“08-31-2001”，“31-Aug-2001”或“Aug/31/2001”。
时间	能设定时间和选择格式。 <pre>Hour 10 Minute 20 Format 24 h</pre>
格式	在“24 h（24 小时）”和“am/pm（上午 / 下午）”之间选择。
滴定仪识别编号	按<F1>、“ABC”输入你的库仑仪识别编号。该编号始终显示在报告中。
访问许可	能决定所有操作滴定仪的人员是否应该访问“设定”和“方法”菜单，即是否有权修改资源或方法。
专家模式	在滴定仪首次启用时，可访问所有菜单。可选择“Routine(常规模式更改之)”。

	Routine（常规模式）： 选择该程序就能： • 在“Setup”菜单，只能打印出已定义的资源，并浏览设定值的列表。 • 在“Method”菜单，只能打印出方法列表（仅限DL39）和每个方法的内容。 • 不进行任何重新计算或改变任何统计数据。 • 按<i>键后，既不能选择“教学文本”，也不能选择“硬件检测”。 在本说明书的最后一页说明了如何更新“专家模式的访问方法”。
蜂鸣声	能选择： Yes Minimum No 需要 除下述“最小范围”的情况外，在每次击键也会响起蜂鸣声。 最小范围 在从预滴定到待机的转换过程中，在结果和出错信息显示时，会发出蜂鸣声。
反应能力	在相同的阳极电解液中，能连续进行几次滴定分析，但其反应能力有限。在反应能力限制区附近，反应速度下降。应输入试剂生产厂家推荐的反应能力值。一旦超出该值，就会显示出“Capacity exhausted”（反应能力完全丧失）的信息。将分析和预滴定期间滴定到的水份（单位为毫克）加在一起。按<i>键就会显示出所输入的值与已经滴定的水份之间的差异。按<Pump>和<F3>键就能对其最初的设定值进行重新设定。
泵运行时间	所确定的时间是一个安全标准：如果你离开库仑仪时泵仍在运行，那么过了该时间泵会自动停止。

5 方法

在仪器首次启用时，借助预先定义的方法，库仑仪可自动进行分析。

在 **DL32** 中，存储了我们专门制定的卡尔菲休标准方法。你能修改这种方法，并把它存储在某一编号下。

Methods METHOD

KF standard method

Help Modify

Methods METHOD

No. 0 of the method

Help OK

当你修改并存储了该方法后，就会出现下面的显示（实例）：

Methods METHOD

111 Methanol

KF standard method

Help Print Modify

在 **DL39** 中，存储了我们专门制定的卡尔菲休标准方法和 5 个梅特勒方法。你能修改这些方法，并把它们作为用户方法存储起来。

Methods METHOD

User methods

METTLER methods

KF standard method

Help Print OK

Print 打印你编写的方法的列表
OK 显示确定了编号和标题的用户方法（实例）：

Methods METHOD

22 Toluene

33 Silicon oil

111 Methanol

Delete Print Modify

一个完整的滴定方法包括样品制备，搅拌和等候时间，以及实际滴定，结果计算和一份报告。在库仑仪中，上述的部分步骤是作为确定分析进程的参数来定义的。

通过改变其参数可以修改某一方法。

5.1 卡尔菲休标准方法

能利用卡尔菲休标准方法来开发你自己的方法。在此情况下，滴定仪会按特定顺序逐个参数地引导你。但样品，控制，终止和报告参数除外，因为它们是以组群形式在页面上显示。就DL39而言，这同样适用计算参数。

对于用户方法和梅特勒方法，页面上的所有参数是以列表形式出现的。但上述的参数组群除外。

作为某一方法的最后一个参数“方法作者”总出现在其自身的页面中。

显示的方法总包含下列默认参数。

No. of the method		
Title of the method		→ 仅限DL39
Sample parameters		
ID		
Type	Mass	
Minimum [g]	0.0000	
Maximum [g]	5.0000	
Entry	Before	
Speed [%]	40	
Mix time [s]	10	
Auto start	No	
Control parameters		
Pol. current [μA]	2	
End point [mV]	100	→ 仅限DL32
Gen. speed	Normal	
Termination param.		
Max. time [s]	300	
Drift stop	Rel.	
Drift [μg/min]	3	
Blank [μg]	0	
Drift	Online	
Result		

Calculation 1	ppm	
R1 =	x [ppm]*f1	
f1 =	1.0000	
Unit	ppm	
Decimal places	2	
Statistics	Yes	
Max. srel [%]	0.00	
Calculation 2		
R2 =	No calculation	
f2 =	1.0000	
Unit		
Decimal places	2	
Statistics	Yes	
Max. srel [%]	0.00	
Calculation 3		
R3 =	No calculation	
f3 =	1.0000	
Unit		
Decimal places	2	
Statistics	Yes	
Max. srel [%]	0.00	
Standby	Yes	
Report		
Output	Print.+Comp.	
Type	GLP	
Author of the method		

→ 仅限DL39

5.2 卡氏方法和各参数

能修改下列参数进行更改，这会使某些参数显示或消失。有关联用 Stromboli 卡氏炉样品转换器实现全自动滴定的梅特勒方法及特定参数将在一个单独章节中表述。

5.2.1 方法编号

方法是以编号形式存储的。编号 911 — 915 专用于梅特勒方法。

5.2.2 方法标题

你能赋予某一方法特定名称。

5.2.3 样品参数

ID (识别编号)	现在或在刚滴定前，能给每一个样品输入一个识别号。
Type (类型)	选择“Mass (质量)”、“Fixed mass (固定质量)”、“Volum (体积)”、“Fixed Volume (固定体积)”，“Pieces (件数)”、“Fixed Pieces (固定件数)”。
Minimum/Maximum (最小 / 最大)	当选择“质量”，“体积”或“件数”时其单位取决样品的类型，有克(g)，毫升(mL)或件数(pcs)。
Help (帮助)	能计算和输入某一固定或变化的样品量。
Entry (输入)	在实际滴定前或期间输入样品量。其在选择“质量”，“体积”或“件数”时出现。 DL39: 如果你为参数“Auto Start (自动启动)”选择了“Yes (是)”！则在存储时“Before (滴定前)”会自动转变成“During (滴定期间)”。
Density (浓度)	在选择“体积”或“固定体积”时出现。
Weight (重量)	在选择“固定质量”时出现。
Volume (体积)	在选择“固定体积”时出现。
Number (数量)	在选择“固定件数”时出现。

5.2.4 搅拌速率

应保证对电解液进行快速及完全地搅拌。我们推荐的设定数是 40%，这样磁力搅拌器就不会“蹦跳”起来。仅请使用我公司配置的磁力搅拌器（见“设备”）

5.2.5 搅拌时间

该时间是一个经验值，可根据不同样品分别输入。

5.2.6 自动启动（仅限 DL39）

如选择“**Yes**”，则一加入样品 DL39 就开始滴定。加入样品的时间不能超过 30 秒，否则仪器会回复到“**待机**”方式。

5.2.7 控制参数

Pol. current（极化电流）

极化电流选择 1.2 或 5 μ A。

End point（终点）

我们推荐 100 mV 终点值。对二种电解槽（含或不含隔膜）的推荐值以加粗字表示的。

极化电流 [μ A]	1	2	5
终点电压 [mV]	100	100	100

Gen. speed(发生速度)

滴定剂（碘或溴）产生速度可选择“**Normal**（常速）”，“**Fast**（快速）”或“**Slow**（慢速）”。

常速：该设置最适合测定的水含量范围为微克级和低毫克级。

快速：为了缩短滴定时间，对含水量较多的样品可选择本设置。

慢速：对含水量较少的样品可选择本设置。

样品的含水量	50 微克		1000 微克
发生速度	慢速	常速	快速

5.2.8 终止参数

终止滴定的条件是必须定义以秒为单位的“**Max time**（最长时间）”和“**Drift stop**（漂移终止）”。在到达终点后，如果满足了第一个所选条件，则滴定被终止。

Max.time（最大时间）

作为安全措施，一定要输入最大滴定时间，这样一旦未能发现终点，则在该时间到达后，滴定会自动停止。

Drift stop（漂移终止）

选择“**Absolute**（绝对）”“**Relative**（相对）”或“**No**（无）”。

相对：滴定终止于实际漂移值小于滴定前测得的漂移（ D_0 ）加上输入的漂移（ D_1 ）时，即 $D < D_0 + D_1$ 。

绝对：滴定终止于漂移小于所输入的值（ D_1 ）时： $D < D_1$ 。

无：“**Drift** [μ g/min] (漂移[微克 / 分钟])”消失并出现“**Delay** [s] (延迟[秒])”。

Delay（滞后）

如果滞后时间输入值为“零”，则一达到终点就会终止滴定。这可能导致过早终止。

5.2.9 空白

要输入正确值，就应进行测定。能输入一个专用于某一样品的值（“Request（仪器要求）”）。

[mg]（毫克）

能按方法输入某一值。

Request（请求）

在每次滴定之前，仪器要求为每一样品输入。

5.2.10 漂移

计算结果需要漂移值。能在方法中或就在每次滴定前按仪器要求或自动输入数值[μ g/min]。

[μ g/min]（微克 / 分钟）

能在方法中输入数值。

Request（请求）

在每次滴定之前，仪器要求为每一样品分别输入数值。

Online（在线）

在待机方法中连续测量，评估和显示进入到滴定池的水份量。

Determination（测定）

某些标准操作过程需要漂移测定值。如果你已经进行了漂移测定，则按<I>键存储该结果，并在计算中运用它。

5.2.11 结果（仅限 DL32）

利用相应公式能计算出含水量，其单位可从下列选择：[mg],[μ g],[%],[ppm],[mg/pc],[mg or μ g]和[% or ppm]。

[mg or μ g], [% or ppm]

根据下列限制值，结果显示会从一种单位自动改设成另一种单位。

mg	μ g	%	ppm
小于 0.1 →	99,...	小于 0.1 →	999,...
0.1..←大于	100	0.1..←大于	1000

5.2.12 第一次计算仅限（DL39）

R1

（第一次计算结果）：利用相应公式能计算出含水量，其单位可从下列选择：[mg]、[μ g]、[%]、[ppm]、[mg/pc]、[mg/g]、[min]、[ppm]ext.soln.、[%]ext.estr.、[%]ext.soln。

[min] 滴定持续时间

[ppm]ext.extr.,[ppm]ext.soln.,[%]ext.extr.,[%]ext.soln.

在外部萃取或外部溶解后对所滴定样品的特定计算。对此需要进行第二次和第三次计算。细节可参阅应用手册。

Unit（单位）

能输入一个用户所定义的单位（以“g”为例，即对以[mg]为单位的含水量的计算可定义一个 0.001 的系数）。

Statistics (统计) 为了获得某一样品系列的平均值 $\bar{x}$ ，标准偏差值 S 和相对标准偏差值 $srel$ ，就必须选择 “Yes”。利用辅助功能 “Results (结果)” 就可终止某一样品系列滴定。

Max.srel (最大相对标准偏差) 如果所输入的值超过了最大相对偏差，则会出现该信息。

5.2.13 第二次计算 / 第三次计算 (仅限 DL39)

可采用的参数与第一次计算相同，能选择 “No calculation (无需计算)” 来取代公式。利用相应公式可计算含水量，单位可从下列选择：

[mg]、[μ g]、[%]、[ppm]、[mg/pc]、[mg/g]、[min]。

下列单位会消失：[ppm]ext.extr.、[ppm]ext.soln.、[%]ext.extr.、[%]ext.soln.

注意 由于必须输入萃取 / 溶解的样品量和第二次及第三次计算所需的溶剂量，所以在常规方式中是不能结合外部萃取或溶解测定样品。

5.2.14 待机

Yes

滴定后，滴定池保持无水状态。我们建议即使在长时间不使用的情况下，也应让仪器处在待机滴定状态，以便在任何时间都能启动下一次滴定。

No

滴定后，分析菜单的启动页面重新出现。

[min]

样品测定后，仪器切换到待机方式，接着在设定的时间内显示并打印出先后的消耗率。

5.2.15 报告

Output (输出)

选择 “Printer (打印机)”，“Computer (电脑)” 或 “Print+Comp (打印机+电脑)” 作为输出装置。

Type

DL32 选择 “GLP (报告)”，“None (无)” 或 “Short-form (简明格式)”。

DL39 选择 “GLP (报告)”，“GLP + curves (报告+曲线)”，“None (无)” 或 “Short-form (简明格式)”。

只有用 EPSON 或 HP 兼容打印机才能打印出曲线。

(GLP 报告：优良实验室操作规范要求的所有数据。)

5.2.16 方法作者

从用户列表中选择你的名字，以表明你是方法的开发者。

5.3 存储步骤

下列显示总是作为某一方法的最后参数出现的：

Methods	METHOD
Author of the method	
Help	Modify OK

在按<F3>、“OK”键确认后，修改过的方法即被存储：

Methods	METHOD
111 Methanol KF standard method	
Help	Print Modify

Methods	METHOD
22 Toluene 33 Silicon oil 111 Methanol	
Delete	Print Modify

如果你尚未输入或已输入了一个错误的方法编号，就会出现下列显示：

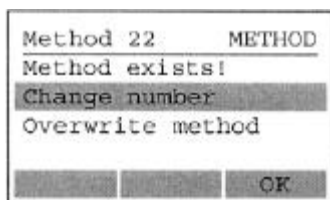
Error	
No/invalid value	
Min.:	1.00000
Max.:	899.000
	OK

— 按<F3>、“OK”键确认出错信息。

Method	METHOD
No.	0
of the method	
	OK

— 输入编号并按<F3>、“OK”键确认，该方法被存储。

如果你输入了一个已存在的方法编号（仅限 DL39），则会出现下列显示：



Change number（改变编号）

页面重新出现 “No.of the method（方法编号）”。现在可输入一个新编号。

Overwrite method（替换方法）

存储新的或改过的编号。具有相同编号的老方法被替换。

当你正在修改用户方法或梅特勒方法时，能按<Run>键启动滴定（<setup>键和<Auxiliary functions（辅助功能）键被闭锁）。

- 如果你尚未修改该方法的任何参数，就会出现“分析”菜单的启动页面。
- 如果你已经修改了该方法的某一参数，就会出现“方法作者”的页面。利用<F3>、“OK”键可存储该方法，并出现“分析”菜单的启动页面。

5.4 用户方法和梅特勒方法（仅限 DL39）

下列是我们已经开发的各种方法，它们能直接应用。（参阅应用手册）：

```

911      Standard 1.0
912      Stromboli
913      Ext.Extr.
914      Br Index
915      Br Blank
  
```

你能修改梅特勒方法，但此时你一定要赋予其新编号（1 — 899），以使之作为用户方法存储。按<F2>、“Print”键，能打印出所选择的方法。

能删除用户方法（仅限“专家”模式）。

Methods	METHOD
22	Toluene
33	Silicon oil
111	Methanol
Delete Print Modify	

如果你按<F1>、“Delete”键，会出现下面显示：

Delete?	METHOD
Yes	
No	
OK	

Yes 按<F3>、“OK”键，会删除该方法。
No 按<F3>、“OK”键，会显示方法列表，该方法不会被删除。

不能删除梅特勒方法。

Methods	METHOD
911	Standard 1.0
912	Stromboli
913	Ext.Extr.
Print Modify	

5.5 梅特勒方法“914 溴指数”和“915 溴空白”（仅限 DL39）

如果你希望开发一个溴指数测定方法以满足需要，你就可以修改梅特勒方法 914 和 915，并把它们作为用户方法存储起来。

```

No.          914
Title        Br Index
Sample parameters
ID           Request
Type        Mass
Minimum [g]  0.2000
Maximum [g]  0.4000
Entry       Before
Speed [%]    40
Mix time [s] 120
Control parameters
Pol. current [μA] 2
End point [mV] 100
Gen. speed   Normal
Termination param.
Max. time [s] 6000
Delay [s]    15
Blank       Request

Calculation 1
R1 = x[Br index]*f1
f1 = 1.0000
Unit
Decimal places 2
Statistics Yes
Max. srel [%] 0.00
Calculation 2
R2 = No calculation
f2 = 1.0000
Unit
Decimal places 2
Statistics No
Max. srel [%] 0.00
Calculation 3
R3 = No calculation
f3 = 1.0000
Unit
Decimal places 2
Statistics No
Max. srel [%] 0.00
Report
Output Print.+Comp.
Type GLP
Author of the method
  
```

```

No.          915
Title        Br Blank
Sample parameters
ID           Request
Type        Fixed Volume
Density [g/mL] 1.000
Volume [mL]    100
Speed [%]     40
Mix time [s]  120
Control parameters
Pol. current [μA] 1
End point [mV] 100
Gen. speed   Normal
Termination param.
Max. time [s] 6000
Delay [s]    15
Calculation 1
R1 = x[mg]*f1
f1 = 1.0000
Unit mg
Decimal places 2
Statistics Yes
Max. srel [%] 0.00
Calculation 2
Calculation 3
Report
Output Print.+Comp.
Type GLP
Author of the method
  
```

Pretitration（预滴定）

此参数不适用。

Autostart（自动启动）

此参数不适用。

Pol. current（极化电流）

在极化电流为 1 μA 的情况下，测量结果是理想的，而电极的使用寿命也可延长。

Gen.rate（产生速度）

溴在电解槽阳极产生的速度。滴定中设置“Normal（常速）”。

Delay（滞后）

到达终点后所要求的滞后时间。漂移和漂移终止不适用。

Blank（空白）

在方法中分析开始之前测定空白值（梅特勒方法“915 溴空白”）或在滴定之前输入该值（“仪器要求”）。

Drift（漂移）

由于溴测定不存在漂移，所以本参数不适用。

R1	(第一次计算的结果), 按照所选择的公式计算溴指数。
Unit (单位)	溴指数和溴数能定量但无单位。 溴指数的含义是在与 100 克样品进行化学反应时的以毫克为单位的溴的数量。 溴数的含义是在与 100 克样品进行化学反应时的以克为单位的溴的数量。
Standby (待机)	此参数不适用。
Author (方法作者)	只有在你改变方法时, 才会出现“方法作者”。
利用方法“ 915 溴空白 ”进行空白测定的特定参数。	
Type (类型)	由于滴定池内装有 100 毫升的溶剂, 所以选择“固定体积”。
Volume (体积)	由于滴定池内装有 100 毫升的溶剂, 所以选择“100”。
Blank (空白)	此参数不适用。
R1	以毫克为单位测量空白值, 在计算溴指数时需要该值。

5.6 梅特勒方法“912 Stromboli”(仅限 DL39)

如果你希望开发一种能自动测定热稳定液体或固体含水量的方法，则可修改梅特勒方法“912 Stromboli”，并把它作为用户方法进行存储。

No.	912	Calculation 1	ppm
Title	Stromboli	R1 =	x[ppm]*f1
Sample parameters		f1 =	1.0000
Type	Mass	Unit	ppm
Minimum [g]	3.0000	Decimal places	9
Maximum [g]	8.0000	Statistics	Yes
Speed [%]	40	Max. srel [%]	0.000
Mix time [s]	300	Calculation 2	
Set temperature	250	R2 =	No calculation
Control parameters		f2 =	1.0000
Pol. current [μA]	2	Unit	
End point [mV]	100	Decimal places	2
Gen. speed	Normal	Statistics	Yes
Termination param.		Max. srel [%]	0.00
Max. time [s]	600	Calculation 3	
Driftstop	Rel.	R3 =	No calculation
Drift [μg/min]	10	f3 =	1.0000
Blank	Request	Unit	
Drift	Request	Decimal places	2
		Statistics	Yes
		Max. srel [%]	0.00
		Report	
		Output	Print.+Comp.
		Type	GLP
		Author of the method	

Sample parameters (样品参数)

样品参数“识别编号”和“输入”不适用。

Mix time (混合时间)

在该时间样品中的水被完全挥发，并溶入滴定池内的溶剂中。

Autostart (自动启动)

不采用该参数的原因在于样品系列的程序是自动控制的。

Set temperature (设定温度)

以℃为单位输入设定温度，在该温度下进行水的测定。能在50到300℃范围内选择该设定温度。在一个样品系列内不能改变此值。在滴定报告中会注明该设定温度。

Blank (空白)

空白值(微克)是由载气的含水量(与时间相关)和样品瓶的含水量(与时间无关)构成的。该滴定就像某一方法参数经定义的“常规”样品测定，因此可以归并入系列滴定程序。漂移从结果中减除，使空白成为某一与时间有关的绝对数值。任何时候，只要按<I>键就能浏览Stromboli的空白值。

	Determination (测定)	该数值在样品滴定前自动测定并存储下来供计算结果用。
	Request (请求)	在系列滴定前要求输入数值。
	No	使用最新存储的数值。
注意	当不同样品系列滴定都只测定一次空白测定时，空白可单独测定。有内置方法供测定空白用，只需将空白参数选作“测定”。当仪器提示在样品参数栏内输入样品数量时，请输入“0”。空白结果存储，即以下所有样品系列测定都能使用它，且任何时候按<F1>键都能浏览之。	
Drift (漂移)	任何时候都能在待机模式中测定漂移（按<F1>，“Drift”键）或在每次系列滴定前测定之。	
	Determination (测定)	在样品系列滴定前自动测定并存储下来供计算结果用。
	Request (请求)	在系列滴定前仪器要求输入数值。
	No	使用最新存储的数值。
Standby (待机)	该参数不适用，因为不进行后消耗测定。	
Report (报告)	在系列滴定结束后打印结果。	
Author (制定者)	“方法作者”仅在你修改了方法时显示。	

只要在方法中选择了“**Request** (请求)”，在样品系列滴定开始时仪器会要求对以下参数输入数据。

空白值[微克]

漂移[微克 / 分钟]

识别号[文本]

样品编号[最多 13]

样品参数[质量、体积、件数等]

6 进行分析

采用所选的方法进行滴定。把所需要的数据存入“方法”和“设定”菜单中。在某项分析正在进行阶段，所有菜单和辅助功能都被锁定。

6.1 启动某种方法

如果按<Run>键，会出现下面的启动页面：

DL32

Start	RUN
Method No.	0
Title	
User	
Help	OK

DL39

Start	RUN
Method No.	0
Title	
User	
Help	Modify OK

方法编号

- 如果没有存入方法（**DL32**）或没有存入用户方法（**DL39**）则输入“0”。
- 对 **DL32** 而言，所存入的方法总是自动与标题一起输入的。
- 对 **DL39** 而言，方法编号或是你直接输入的，或是确认梅特勒方法或用户方法的编号。

注意

- 你能选择用户名称，前一次分析中所选择的那个名称仍被存储下来。
- **DL39**：启动页面总显示前一次分析启用的方法编号，例如方法编号 22。如果要删除该方法，则当用“OK”确认该页面内容时，会出现“Method not available（不采用该方法）”的显示。

6.1.1 菜单程序到待机方式（卡尔菲休方法）

实例：

Start	RUN
Method No.	22
Title	Toluene
User	K. Lips
Help	Modify OK

按<F3>、“OK”键可启动预滴定（DL32：“Modify（修改）”）。

PRETITRATION	RUN
Potential [mV]	325
Help	

预滴定总是采用所选方法的控制参数来完成的。滴定电解液直至无水。

显示实际电压。

自动转至待机方式。

STANDBY	RUN
Active Method	22
Potential [mV]	98
Drift [µg/min]	1 →
DRIFT	SAMPLE

漂移值旁边的箭头指示了漂移状态：

请等待，漂移正在减小！

→ 表明能开始测定。

请等待，漂移正在增大！

按<F1>、“DRIFT”键，可启动漂移测定。

按<F3>、“SAMPLE”键，可启动样品测定。

注意 如果预滴定的持续时间超过 30 分钟，就会出现提示信息。在用“OK”确认后，预滴定会重新开始。此时，你应当检查滴定台和滴定池的所有接口是否紧密。

6.1.2 待机方式

在待机期间，被锁定或可选择的菜单有：

被锁定的 <Setup (设定)>、<Pump (泵)>和<i (存储)>键；“Hello!(初用指导)”和“Hardware test (硬件检测)”。

能选择的 <Stirrer (搅拌器)>、<Results (结果)>、<Method (方法)>、<Run (运行)>和<i (存储)>键（“初用指导”和“硬件检测”除外）。

搅拌器

你能改变搅拌器的速率。在接下来的样品测定中会报告该情况。

结果

只有在你完成了第一次滴定或获得某一结果后才会显示该菜单。

方法

你能够修改所有方法。当方法正在使用时，下列参数不能修改。

- 极化电流
- 终点

修改过的参数供下一样品滴定用。为符合 GLP 要求，在切换回“运行”菜单之前应打印出该方法。

注意（仅限 DL39）

如果你要改变某一正在使用的方法的参数，就要终止样品系列滴定。如果你要重新启动某一方法，现行系列的结果会被删除。

6.2 样品测定

按<F3>、“OK”或<Run>键，可启动某一样品的测定工作。根据所选方法，会出现以下页面。

如果在方法中确定为“仪器要求”，则仪器会依次要求各特定参数。

实例：

ANALYSIS		RUN
Mix time [s]	10	
		OK

然后会出现下示页面之一：

ANALYSIS		RUN
Weight [g]	0	
Minimum [g]	0.3750	
Maximum [g]	0.8750	
Help	Bal.	OK

如果样品的可变量是用“Entry: Before（输入：滴定前）”确定的，那么就会出现进样页面。

ANALYSIS		RUN
Please add sample		
0.3750 g -		
	0.8750 g	
Help		OK

如果样品的可变量是用“Entry: During（输入：滴定期间）”确定的，那么就会出现加样页面（例如：质量）

注意

- 如果进样或输入样品特定参数的时间超过 5 分钟，滴定仪就会切换回待机方式。
- 如果在方式中选择了“自动启动：是”，那么必须在 30 秒内加入样品，否则滴定仪会返回到待机方式。
- 如果滴定仪处在待机方式时意外加入一样品，仪器就会开始“预滴定”，即滴定出样品中的全部水份。你可以先按<RESET>键，然后同时按<SHIFT>和<RUN>键补救。此时会出现上示页面之一，即仪器跳过了预滴定和待机方式，于是你的样品就不会“丢失”。

样品测定顺序

实例（重量“滴定前”）：

ANALYSIS		RUN
Weight [g]	0	
Minimum [g]	0.3750	
Maximum [g]	0.8750	
Help	Bal.	OK

采用在方法的样品参数中设置重量值及其阈值。

如果已经连接天平，按<F2>、“Balance”键就能传送天平上所显示的值（样品重量）。

按<F3>、“OK”键，就会出现下示页面。

ANALYSIS		RUN
Add sample or confirm addition:		
0.3750 g -		0.8750 g
Help		OK

按<F3>、“OK”键，以确认加入样品并启动分析。

ANALYSIS		RUN
Sample	Drift	

可以在分析期间输入样品量的值。按<F1>、“Sample”键，会显示出“重量（克）”或“体积（毫升）”以供你输入数值。

在滴定期间，能切换下面4种显示：

ANALYSIS		RUN
Drift:		
95 µg/min		
Sample	Cont.	Graph

ANALYSIS		RUN
Content:		
42.0012 µg		
Sample	Dur.	OK

ANALYSIS		RUN
Duration:		
1 min		
Sample	Pot.	OK

ANALYSIS		RUN
Potential:		
400 mV		
Sample	Drift	OK

Drift（漂移）

当前漂移速率。

Content（含量）

目前为止所滴定的含水量。

Duration（持续时间）

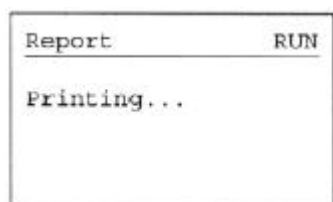
从数据记录开始计算的测量时间（搅拌时间除外！）

注意 在报告中打印的时间值应包括搅拌时间！

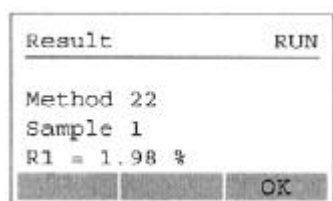
Potential（电位）

在测量电极上所测得的电位。

滴定会按照所定义的终止参数停止，而滴定仪会返回待机方式。



打印并显示出结果。

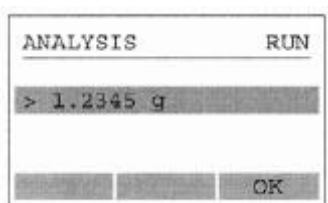


如果用“OK”确认，就会出现下列显示的一种：

- 待机页面（方法参数“待机：是”），或
- 启动页面（“待机：否”），或
- 后消耗页面（方法参数“待机：[分钟]”）。

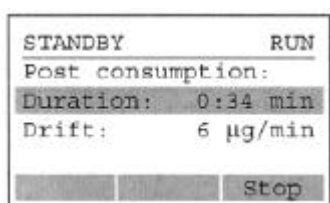
现在结果存储于辅助功能“Results”下，这样你可以进行重新计算的工作了。

6.2.1 天平传输重量值



如果在页面上按<F2>，“Balance”键，就会出现天平正在显示的重量值。用“OK”键确认该值。

6.2.2 后消耗

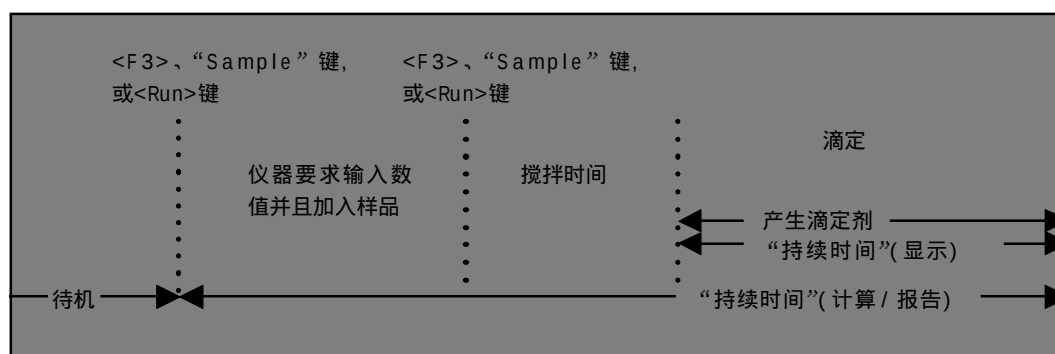


如果你在方法中已经选择了“待机：[分钟]”，那么在样品测定后就可直接进行下面的漂移测量，且每隔一分钟会自动打印一个漂移值。

6.2.3 计算

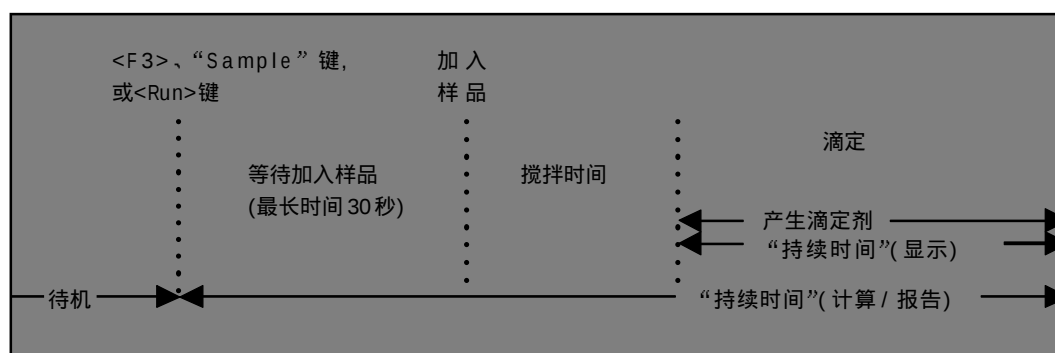
DL32（无自动启动） / DL39（“自动启动：否”）

如果在待机方式中按<F3>、“Sample”键或<Run>键，则仪器就开始测算计算漂移补偿所需的时间。滴定一结束，测算就停止。



DL39（“自动启动：是”）

当自动启动滴定时（“自动启动：是”），仪器在要求加样后开始测算计算漂移补偿所需要的持续时间。滴定一结束，测算就停止。



以微克为单位的含水量

$$\text{水}[\text{mg}] = (\text{消耗量}[\text{mC}] \div 10.72[\text{mC}/\mu\text{g}]) - (\text{漂移}[\mu\text{g}/\text{min}] \times \text{持续时间}[\text{min}]) - \text{空白值}[\mu\text{g}]$$

为了得到以毫克为单位的含水量，除以 1000。

以百分数为单位的含水量

$$\text{水}[\%] = \frac{(\text{消耗量}[\text{mC}] \div 10.72[\text{mC}/\mu\text{g}]) - (\text{漂移}[\mu\text{g}/\text{min}] \times \text{持续时间}[\text{min}]) - \text{空白值}[\mu\text{g}]}{\text{质量}[\text{g}] \times 10^6[\mu\text{g}/\text{g}]} \times 100[\%]$$

为了得到以 ppm 为单位的含水量，可乘以 10,000，为了得到以克 / 千克为单位的含水量，可乘以 10。

以每件为单位的含水量

$$\text{水}[\mu\text{g}/\text{件}] = \frac{(\text{消耗量}[\text{mC}] \div 10.72[\text{mC}/\mu\text{g}]) - (\text{漂移}[\mu\text{g}/\text{min}] \times \text{持续时间}[\text{min}]) - \text{空白值}[\mu\text{g}]}{\text{件数}}$$

在每份 GLP 报告中都列示有这些参数以便你复查结果。

6.2.4 样品系列滴定的统计计算（仅限 DL39）

如果你在计算 1、2 或 3 下已经选择了“统计：是”，那么样品的计算结果和统计数据或浓度测定就会被存储在辅助功能“结果”下。

如果你进行了下列操作，则会终止样品系列滴定：

- 在辅助功能“结果”中输入了相应命令
- 改变了在用方法的参数
- 选择了另一种方法
- 关闭了库仑仪

如果你按<Reset>键并以同一方法进行下一次滴定，则仪器不会终止该样品系列滴定。

注意 能测定一个多达 99 个样品的系列，并能存储最新测定的 60 个结果值。

例如，在第三个样品测定后会出现下面显示：

Result	RUN
Method 22	
Sample 3	
R1 = 1.91 %	
X	OK

按<F1>键在就结果和统计页面之间切换。

Statistics	RUN
Method 22	
R1	n = 3
	$\bar{x}$ = 1.95 %
	s = 0.010901 %
Result	OK

注意 测定两个样品后可计算其平均值；测定三个样品后则能计算其绝对和相对标准偏差。

6.3 空白值测定

如果你把某一样品溶入了未知其含水量的溶剂中，则仅滴定溶剂（不含样品）。每次滴定前，将所得的数值作为空白值输入选择“仪器要求”，或自动输入该值（选择“测定”）。该空白值计入各种计算内。

按<i>键就能存储梅特勒方法“912Stromboli”的空白值。

6.4 漂移测定

当你在方法中定义了“漂移：测定”时，就必须测定漂移。按<F1>、“DRIFT”键就会出

DRIFT	RUN
Duration: 2:21 min	
Help	

指示条的显示区域会随时间的流逝而延伸。3 分钟后结果会显示并打印。同时按<i>键可存储该结果值。

6.5 溴指数的测定（仅限 DL39）

与卡氏滴定不同的是，溴指数的测定采用不同的方法参数且分析时不显示“漂移”、“含量”和“持续时间”这些内容。因为溴指数的测定不存在漂移，所以不能把它用作终止参数。
注意 由于清洗比较方便，所以对溴指数测定我们推荐采用无隔膜的电解槽。

Start	RUN
Method No.	914
Title	Br Index
User	Mi Hoa
Help	Modify OK

ANALYSIS	RUN
Weight [g]	0
Minimum [g]	0.2000
Maximum [g]	0.4000
Help	Bal.* OK

如果方法参数已通过“仪器要求”方式定义，则在输入样品的显示出现前仪器会显示出这些方法参数。（例如“质量”和“输入：滴定前”等）。

* 仅在定义了天平后才出现。

在按<F3>、“OK”键确认了加入样品后，滴定即开始。

ANALYSIS	RUN
Analysis running...	
Potential [mV]	580
Sample**	

** 在未输入样品量时显示。按<F1>、“Sample”键，会显示参数“Weight[g]”供你输入数值。

Result	RUN
Method 914	
Sample 2	
Br Index = 370	
	OK

滴定后，结果在其显示之前记录下来。

按<F3>、“OK”键，仪器返回启动显示。

计算公式

$$\text{溴指数} = \frac{100 \times (0.0008281[\text{mg/mC}] \times \text{消耗量}[\text{mC}] - \text{空白值}[\text{mg}])}{\text{样品重量}[\text{g}]}$$

$$\text{空白值}[\text{mg}] = 0.0008281[\text{mg/mC}] \times \text{消耗量}[\text{mC}]$$

$$\text{溴数}[\text{g 溴} / 100\text{g 样品}] = \frac{\text{溴指数}[\text{mg 溴} / 100\text{g 样品}]}{1000}$$

注意	溴克分子质量: 79.9[g / mol]	79.9	= 0.0008281[mg/mC]
	法拉第常数: 96485[C/mol]	96485	

6.6 联用 Stromboli 卡氏炉样品转换器测定样品（仅限 DL39）

Stromboli 卡氏炉样品转换器是与 DL39 库仑析仪组合在一起使用的，以测定热稳定液体和固体的水份含量。为此把样品放入炉内加热，并通过干燥的载气把蒸发的水份传送到滴定池中。运行梅特勒“912”方法 DL39 可控制 Stromboli 的全部功能。以此方法为模板，能开发出一种可自动测定样品系列（最多可达 13 个样品）的用户方法，而且还能进行漂移和空白值的测定。在测定之前，Stromboli 能自动把样品架上的样品瓶送入炉内。

样品的滴定结果是由样品含水量，空白值（空样品瓶内的含水量）和漂移值（载气的含水量）所构成的。

如果在方法中选择“漂移：测定”，就能自动进行漂移值测定。任何时候，在待机方式下还可手动（按<F1>、“Drift”键）测定漂移值。在上述三种情况中，是在“漂移”位置内利用样品瓶测定的。把样品瓶插入到炉内，并在达到设定温度后测定 3 分钟。按<I>键（包括测定数据和时间）存储并浏览结果（即接下来的样品系列可采用）。

如果在方法中选择“空白：测定”，就能自动进行空白值测定。在“空白”位置内（空的样品瓶）用样品瓶进行此项测定。可像分析某一常规样品测定那样进行该测定，因此能把它归入某一系列的测定程序中。在无任何含量参数和系统预置参数“识别号：空白”的情况下，能把空白值确定为样品“0”。在滴定报告的样品编号“0”下，能存储并浏览到空白测定的结果；或按<I>键（包括测定数据和时间）浏览测定结果。

样品系列滴定程序

当从休眠状态启动某一方法时，会把输入的设定温度传输到 Stromboli。在预滴定（即待机方式）期间，在“漂移”位的样品瓶会被插入到炉内，然后炉会加热到所设定的温度。在样品转换器上会闪现温度显示，并交替显示当前温度和设定温度。

在所设定的温度上达到某一恒定的漂移值后，按<F3>、“Sample”键就能从待机方式启动样品系列滴定。只有当卡氏炉达到了设定温度后，才能开始分析。只有达到设定温度（要花费几分钟），才会显示出“Waiting for Stromboli（等待样品转换器）”的信息。

ANALYSIS #01 RUN	
ID	
Weight [g]	0
Minimum [g]	2.000
Maximum [g]	4.000
Bal.*	Start OK

No.ID	Status
0 Blank	Done
1	Active
2	Ready
3	Ready
	Modify OK

Sample 1 RUN	
ID	
Weight [g]	0
Minimum [g]	2.000
Maximum [g]	4.000
Help	Bal.* OK

在启动某一样品滴定系列时，仪器会要求输入那些已在方法中设定了“Request”的参数。按<F3>、“OK”键可存储输入值，仪器随即要求输入下一个样品的数据（#...）。如果按<F2>、“Start”键，那么即使样品数据尚未全部输入，也能启动样品系列。

在滴定期间按<F3>、“Sample”键，会显示出样品的各状态[准备(Ready)，进行中(Active)，完成(Done)]。按<F3>、“Modify”键可使你更改输入值，或分别完成输入。在各样品滴定后可计算并记录结果，而该系列在未显示结果的情况下会继续分析下去。如果安装了打印机，则会在每个样品分析后打印出其结果。

在某一系列滴定结束时，会显示出最后一个样品的结果和该系列的统计结果（按<F1>、“X”键）。在待机方式中按<Results>键，就能浏览这些结果。

重要信息 一旦用<F3>，“OK”键确认了“Series aborted（系列滴定中止）”，那么在下一系列滴定启动时会自动删除前一系列的测定结果和统计结果。

* 仅在定义了天平时才出现该显示。

注意

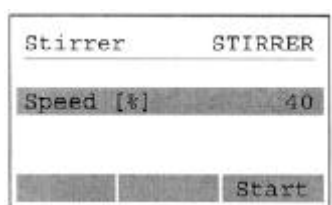
- 如果通过终止参数“最长时间”已经终止了某个分析，那么即使已在滴定仪的滴定池内探测到水，样品转盘还会返回到基座位置（“漂移”位在卡氏炉下面），而且即使在下一个样品的预滴定期间仍然保留在该位。只有当 DL39 进入待机方式时，样品转换器才能转换到下一个样品。
- 只要与 DL39 相连的样品转换器一开启，不管是选择了“自动启动”，“是”还是“否”任何滴定都会自动启动。因此对具有“自动启动，... No”和未连上样品转换器的卡尔菲休方法而言，必须关闭样品转换器。
- 连接样品转换器进行自动样品测定时，只有在样品达到所设温度时，滴定仪才开启计时器。
- 在下列情况下样品系列分析会被中断。为了继续该样品系列的分析，可按<F3>、“OK”键以确认该信息。
- 出现下述信息之一：“重量[克] 0”，“无滴定”和“反应力耗尽”。
- 所计算出的“srel”（相对标准偏差）值超过该方法中所输入的值。
- 取样和输入样品相关参数的时间会超过 5 分钟。

7 辅助功能（搅拌器、泵、结果）

借助各种辅助功能键，你能进入执行与滴定方法无关的各种功能的菜单。这些功能虽然与滴定方法不直接相关，但却对它有帮助和扩展的作用。当某项分析正在进行时，所有的辅助功能都被锁定：在待机方式中只能使<Stirrer（搅拌器）>或<Results（结果）>键起作用。

7.1 搅拌器

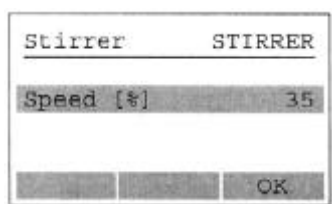
你能开启或关闭搅拌器，并改变其速度。



按<F3>、“Start”或“Stop”键，能启动或停止搅拌器。搅拌器能按设定的速度搅拌。

在某一滴定的待机方式中改变搅拌速率，

— 按<Stirrer>键并改变速率。

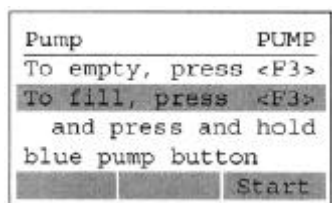


— 按<F3>、“OK”键确认，搅拌器以新速度搅拌。

— 按<Run>键切换回到“分析”菜单。

7.2 泵

能用泵抽空阳极和阴极电解槽内的液体。



按<F3>、“Start”或“Stop”键能开启或关闭泵。
在泵运行时，按<F2>、“Stir”键开启搅拌器。

排液

- 把废液瓶顶部的导管连接到泵的入口 (滴定仪背面)。
- 把废液瓶的废液管推到滴定池的底部。
- 按<F3>、“Start”键,排空滴定池内的液体。
- 当泵还在运行时可从滴定池内拔出废液管。如果电解槽含有隔膜,则须重复上述过程来排空阳极槽内的液体。
- 按<F3>、“Stop”键。
- 排空废液瓶内的液体。

注意

- 只要一到“设定”菜单所定义的泵的工作时间,泵就会自动关闭。
- 泵每运行一次就会把电解液反应能力复原到“设定”菜单所定义的值。

7.3 结果

在本菜单中可选择以下功能:

All results

Recalculation

Calculations (DL39 only)

Statistics (DL39 only)

Report

Statistics series (DL39 only)

在至少有一个结果产生的情况下,可选用“全部结果”功能。

在某一样品系列滴定中至少有二个结果产生的情况下,可选用“统计”功能。

在完成漂移测定后或有一个结果产生的情况下,可选用“报告”功能。

在样品系列滴定的第一个结果产生的情况下,可选用“统计系列”功能。

例如,要在待机方式中改变卡尔菲休测定的结果,可以进行下列操作:

- 按<Results>键改变“重新计算”下的结果,并用“OK”确认。
- 按<Run>键返回“分析”菜单。

7.3.1 全部结果

能浏览某个样品或样品系列滴定所产生的全部结果,此外还能把它们打印出来。关闭滴定仪就会删除结果存储器内的数据。

- DL32** 能存储 20 个最新的测定结果。
- DL39** 能测定某一具有 99 个样品的系列。能保留所存储的最新 60 个样品的测定结果，即当你开始第 61 个样品测定时就会有 1 个样品结果被删除了。

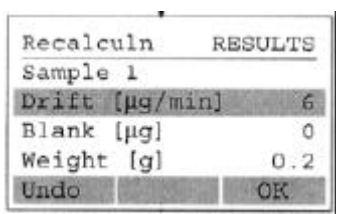
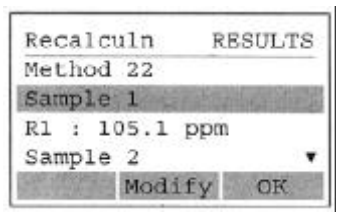
注意

- 还存储由于出错信息“无滴定！”而被终止测定的样品结果。
- 还存储由于按<Reset>键而被终止测定的样品结果。

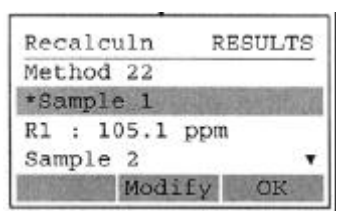
7.3.2 重新计算

你能通过修改每个样品的下列值来重新计算现有的结果：

- 在卡尔菲休样品测定时：漂移值，空白值和样品数量。
- 在溴指数测定时：空白值和样品数量。



如果你要改变其中一个值，可按<F1>、“Undo”键来消除该值。
按<F1>、“Undo”键总能使改变过的值复原成原始值。



用星号（*）来标记改变过结果的样品。

注意

- 仪器始终存储着测定所获得的数值，从而使你以后还能消除这些变化值。
- 在“全部结果”的功能作用下，能打印出重新计算的结果，并能报告所改变的值和原始值。
- **DL39** 在统计数据时还应考虑所改变的值。

7.3.3 报告

每次测定结果，能打印出一份（附加）数据报告，或把它传送到电脑。

Report	RESULTS
Output	Print.+Comp.
Type	GLP
Help Modify Start	

注意 如果你事先修改了最新测定的结果，会以星号(*)标记它并将其打印出来。

7.3.4 计算（仅限 DL39）

每次滴定结果，能为该样品进行附加计算。

Calculations RESULTS	
R =	x [µg]*f
f =	1.0000
Unit	µg
Help Modify OK	

按<F3>、“OK”键，会显示并打印出结果。

7.3.5 统计计算 (仅限 DL39)

如果你在该方法的计算 1, 2 或 3 下选择了“统计: 是”, 仪器就会计算出由二个样品组成的某一系列的平均值。对于二个样品以上的系列, 还能附带计算其绝对和相对标准偏差。在此能打印出这些结果, 并通过排除异常数来修改统计评估。

在 DL39 的统计计算中, 不包括“复原”或出现“无滴定”信息后所获得的各种结果。

三个样品的统计评估实例

Statistics	RESULTS
Method 22	
R1 n = 3	
$\bar{x}$ = 105.1 ppm	
s = 0.010912	▼
Result	Print OK

你可利用结果列表来判断哪个样品结果是异常数, 然后把它排除掉。

Statistics	RESULTS
Method 22	
Sample 1	
R1 = 105.1 ppm	
Sample 2	▼
Delete	OK

如果你按<F1>键删除了“样品 1”, 则会显示出“Delete”, “Undo”以便能取消该命令。同时样品 1 由“Deleted”标记。按<F3>、“OK”键会显示下列页面。

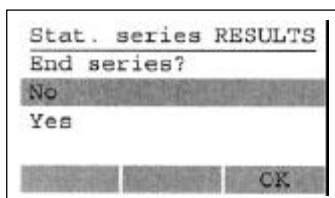
Statistics	RESULTS
Method 22	
R1 n = 2	
$\bar{x}$ = 105.1 ppm	
Result	Print OK

计算出删除异常值后剩余样品的统计数据 (比如删除了样品 1)。你能删除几个样品结果, 且每次都打印出相应统计结果。

只要存储了本样品系列的结果列表, 删除操作将无效。

7.3.6 样品系列滴定的统计计算（仅限 DL39）

借助本功能你能终止某一样品系列滴定。它消除了结果存储器内的所有数据。用“样品 1”可重新开始以同一方法进行的后面的滴定分析。



8 信息菜单 (<i> 键)

按<i> 键可存储下列所测量的数值和菜单:

Capacity [mg] 80
Drift [$\mu\text{g}/\text{min}$] 0
Blank [μg] 0
Hello! (Tutorial)
Hardware tests

Capacity(反应能力)

在“设定”菜单中所确定的电解液反应能力是作为初始值输入的。每次滴定后，会显示出初始值和滴定出的水份含量之间的差异。如果达到或超过“0”，就会出现出错信息。

注意 一按下泵的按钮，就会重新输入在“设定”菜单中所定义的值。

Drift (漂移值)

在此存储了最新测定的漂移值，而且如果你已把“漂移：测定”定义为方法参数，可自动把它用作漂移补偿。

Blank (空白值)

在此存储了最新测定的空白值，而且可自动把它用于计算（仅限采用 Stromboli 卡氏炉样品转换器的方法）。

Hello!(初用指导)

从该指导中可逐步了解库仑仪的使用方法。

Hardware tests (硬件检测)

在此存着一些使你能检测库仑仪硬件状况的功能。要进行检测，你需要连接装置（参阅选用装置）。

9 出错信息和故障

9.1 库仑仪的出错信息

与本章有关或未进行解释的出错信息解释如下。

A. 开启库仑仪后可能会出现下列出错信息

- ERROR
- RAM × test ERROR(Q) (“X” 代表某个数字)
- ERROR → HW version
- ERROR → DCB
- ERROR → application
- No application found

上述信息表示某个硬件部分有故障。

- 按任何键：库仑仪会试图继续引导分析过程，这也许会成功，但不能保证功能的正常发挥。

措施

- 记下所显示的文句
- 记下序列号和软件版本（每份报告中都有）
- 把所记下的内容，连同所安装的外围设备和所定义的配置情况，通知梅特勒 - 托利多公司的维修部。

B. 如果出现下面 3 种页面的显示，则可能是硬件有故障。

```
Internal error: x
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX
SYSTEM IS BLOCKED!
See manual: Errors
```

```
OS ERROR: x
P1: xx
P2: xx
D1: xx
D2: xx
SYSTEM IS BLOCKED!
Please call METTLER
TOLEDO service
```

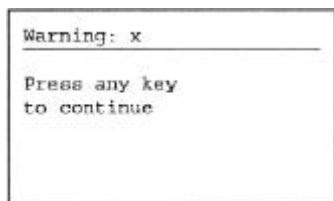
```
ERROR: x
SYSTEM IS BLOCKED!
Please call METTLER
TOLEDO service
```

“X” 指代字母或数字

措施

- 除了记下文句或出错信息外（例如，“出错：1000”），还应记下造成出错的操作过程。
- 记下序列号和软件版本（每份报告中都有）。
- 开闭库仑仪。
- 把所记下的内容，连同所安装的外围设备和所定义的配置情况，通知梅特勒 - 托利多公司的维修部。

C. 如果出现下面的警告信息，表明当前的实验程序执行失效，请重复操作。



“X”指代某一数字。

措施

- 按任何键：库仑仪能继续执行各功能。
- 千万不能采纳由本方式终止的某一测定结果。
- 如果多次出现该警告信息，则可采取 B 中的措施。

D. 删除错误数据

- 如果正在存储某种方法时突然断电，那么库仑仪仅能存储该方法的部分信息。在此情况下，仪器会把该方法完全删除，甚至有可能删除几种方法。

措施

- 确认该信息。
- 检查哪些方法已被删除，并重新输入它们。
- 如果正在存储某一资源的参数时突然断电，那么库仑仪仅能存储其部分参数。这时仪器会删除在“设定”菜单中所定义的全部数据。

措施

- 确认该信息。然后库仑仪载入“设定”菜单中的系统默认设置，即存储所有出厂时的信息。
- 关闭库仑仪，然后再开启它。
- 检查系统预置参数是否还起作用。重新输入在断电前所存储的名称和数值。

如果频繁出现出错信息，则说明电池已经耗尽，一定要请梅特勒-托利多公司的维修部把电池更换掉。

E. 不能存入方法信息！

- 如果用户数据存储已满溢，库仑仪就不能再存储方法信息了。

措施

- 确认该信息。
- 删除一个或多个不再使用的方法。
- 重新输入新的方法并把它存储起来。

9.2 其它异常和故障现象

下表汇集了不属于库仑仪出错信息范围所指示的各种故障。在许多情况下此表能帮助你自己去排除故障（表中“维修部”指梅特勒-托利多公司维修部）。

在你联系维修部之前，还可先用硬件检测（“信息”菜单，< i > 键）来探查某些故障。

故障表现	可能原因	排除方法
库仑仪上无显示	仪器没有接通电源。	接通电源，如仍然无显示可与维修部联系。
缺少部分显示内容		可与维修部联系。
显示内容和按键不一致		可与维修部联系。
与所连接的外围装置的传输有问题	外围装置有故障或被关闭。	检查所连外围装置的工作是否正常。
打印机，天平，电脑等设备对工作不响应	没有开启相关设备；设定或配置有误（转换位置有误）；接错电缆	开启相关设备；使设定和配置正确一致；检查电缆是否接错。
泵不工作	没有连接上抽液管；泵有问题。	检查并连接上抽液管；检查泵是否损坏。
TTL输入或输出不起作用	输入或输出有问题。	检查输入或输出。
磁力搅拌器不转动	磁力搅拌器的电缆插头未牢固插入； 用错磁力搅拌器。	检查磁力搅拌器及其接插情况，如损坏应更换掉； 换用随机配备的搅动棒。
在电解槽没有生成氢	没有连接上或接触差； 连接器接错。	检查连接器或与维修部联系； 检查连接器颜色不同来判断。
“导电性太差！ 滴定被终止”	电解槽的脉冲 电流小于200mA	按<F3>键以确认该信息 （将仪器设置复原）

9.3 检查硬件

“硬件检测”菜单< i>键存储，并且能利用它来检查库仑仪的搅拌器和泵工作是否正常。如果你订购了连接器部件 / 装置进行接口检查，则还能检测接口和库仑仪的 TTL 输入和输出口。

9.3.1 用户接口

显示测试

会接连出现 5 种显示，其中 4 种具有不同图案，1 种没有图案。利用这些图案能使你探查显示屏的像素是否有缺陷。大约 20 秒后，本项测试会被自动关闭。

键盘测试

当你按某一键时，会显示出代表该键的数码，这使你能识别出有故障的键（参阅下表）。

- 按<Esc>以退出该测试方式。

键的数码

键名	代码	键名	代码	键名	代码
Key	Code	Key	Code	Key	Code
Reset	23	F1	17	3	3
I	30	F2	18	4	4
Stimer	28	F3	19	5	5
Pump	27	▽	11	6	6
Burette	29	Δ	12	7	7
Results	26	Shift	10	8	8
Setup	25	0	0	9	9
Method	24	1	1	Del	31
Run	21	2	2		33

蜂鸣测试

用于测试内部蜂鸣器。

9.3.2 外围设备接口

接口测试

- 测试前

- 把 51107288 测试插头插入天平、电脑或 GA42 接口。
- 把 Centronics 电缆插头插入其接口，并把 51107287 测试插头插入 Centronics 电缆插座。

在该测试结束后，仪器会显示出“测试成功”或“测试失败”。

天平测试

如果在“设定”菜单中没有定义天平，就不会显示出本菜单选项。

- 天平显示的重量值必须在库仑仪的显示页面上出现。

打印机测试（GA42、EPSON 或 HP）

必须连接上相应的打印机。如果出现“打印机：未连接”的出错信息，你能按<Esc>键退出该出错信息。按“OK”键，库仑仪会再次尝试与打印机建立联系。

- 必须能打印出库仑仪所显示的字母和符号。

9.3.3 输入和输出口

TTL 输入 / 输出口（仅限 DL39）

- 测试前，把 51107723 测试插头插入到 TTL 输入 / 输出口上。

该测试结束后，仪器会显示出“测试成功”或“测试失败”。

内置搅拌器

在此能测试磁力搅拌器的旋转（逆时针方向）和速度变化。

外置搅拌器

在此能测试与 DV705 滴定台相连接的磁力搅拌器的旋转和速度变化。

内部泵

检测泵是否工作。

- 必须听到泵的运行“噪声”。
- 当正确安装上废液瓶时，泵必须能抽出废液。

外部泵

检测安装在选用的外部 DV705 滴定台上的泵是否工作（参阅“内部泵”）。

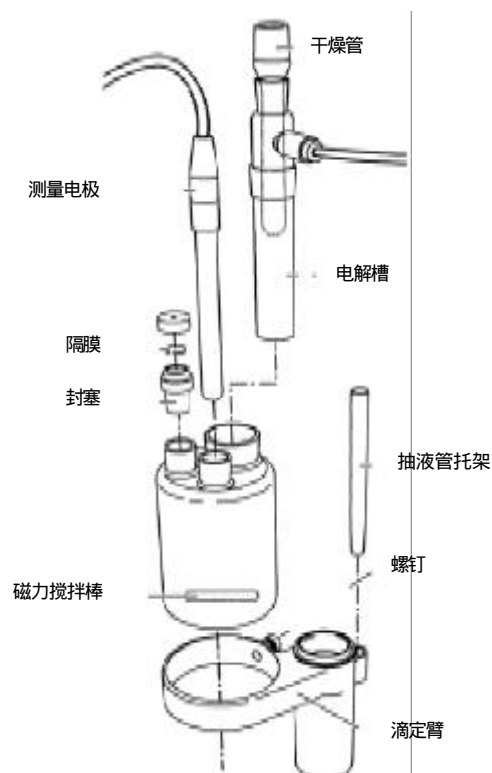
注意 按上箭头键可抽出液体。

10 安装和保养

10.1 安装滴定台

在把库仑仪安排到适当位置后，，就能安装滴定台了。滴定仪的托架能朝两个方向转动。

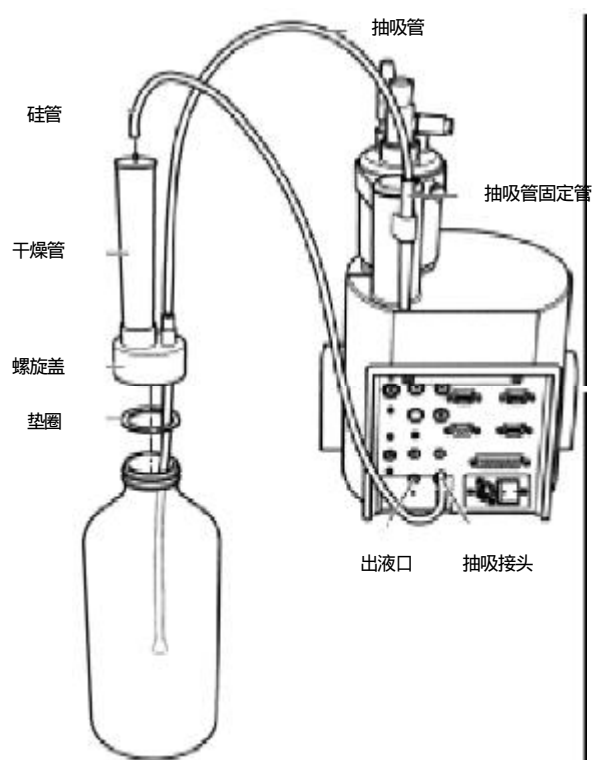
- 小心地把随机准备的磁力搅拌棒滑移到滴定池内。
- 注意 只有原配的磁力搅拌棒才能保证符合库仑仪的技术要求。
- 把滴定池装入入滴定台并用螺钉固定。
- 把随机配备的油脂涂在磨口处。
- 把带隔膜的封塞入滴定池的孔口。
- 把测量电极和电解槽分别插入它们各自的孔内。
- 把干燥剂装入干燥管，并把它放入电解槽内。
- 插入用于存放废液瓶抽液管的托架。



10.2 安装废液瓶

按下列方法安装用于存放滴定池排出液体的废液瓶（随机配备）：

- 先经螺旋盖的套圈从下往上推抽吸管头，然后把它插入滴定台上的抽吸管固定管内。
- 把垫圈放到废液瓶上并拧紧螺旋盖。
- 把硅管套入废液瓶的干燥管内，把软管另一端连接到库仑仪后面的抽吸管接头上。

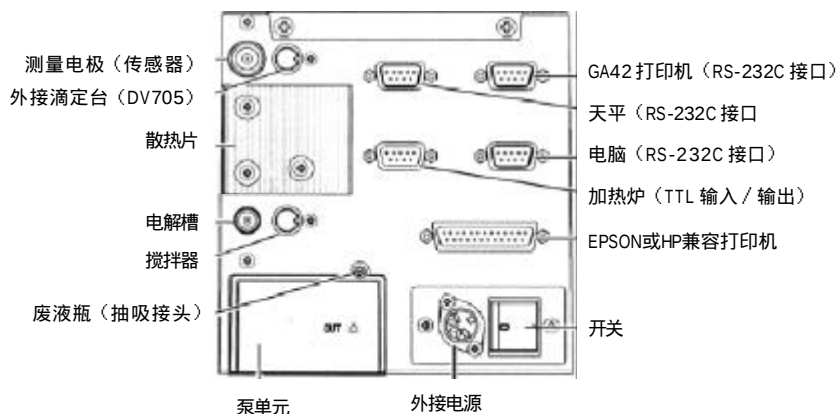


注意

- 为了把溶剂的挥发气体排放到合适的地方，可把一根排放管连接到出液口上。
- 检查所有连接件是否紧密连接，以确保整个系统的气密性。

10.3 磁力搅拌器、电极和其它装置的连接

- 把各装置连接到在库仑仪后面的各相应接插件上（看图）。



搅拌器的输出口无特有的防短路结构！其连接电缆针脚的损坏可能会造成短路。此短路会损坏水份仪，所以当电缆有问题时，更换一根。

磁力搅拌器

出厂时磁力搅拌器已推入到库仑仪上部的壳体内。

- 把搅拌器电缆连接到其输出口。微型 DIN 连接件上的箭头一定要指向螺钉。



测量电极

- 把该电极连接上其三芯电缆。把电缆插头插入测量电极（传感器）的输入插座，并把该电极插入到滴定池的顶部。

发生器电极

- 把该电极连接上其三芯电缆。把电缆插头插入发生器电极的输入插座，并把该电极插入到滴定池的顶部。

天平、打印机、电脑、Tbox DR42

把所有外围装置连接到库仑仪所连接的同一接头（相位）！否则均衡电流可能会在电缆间交差流动。梅特勒-托利多和赛多利斯天平与本库仑仪是兼容的。

10.4 保养和维修



所有的卡尔菲休试剂都是易燃和有毒的。

- 如果不慎接触到皮肤，应立即用大量水冲洗。
- 如果不慎让它进入了眼睛，应立即用水进行彻底清洗，然后请医生诊治。

清洁

- 能用一块蘸有乙醇（酒精）的布清洁库仑仪。
- 如有必要可给磨口处涂油。

按下列方法清洁滴定容器

- 利用泵把正极和负极槽内的液体抽空到废液瓶。
- 用甲醇池彻底清洗。可用普通去污剂（实验设备专用去污剂）清除积垢。
- 用一块不起毛的布擦干。
- 在干燥炉内以 70-80℃ 温度干燥一夜。
- 如果需要，可在磨口处涂油。

按下列方法清洁测量电极和电解槽

- 用甲醇进行彻底清洗。
- 用一块不起毛的布擦干。
- 如果隔膜受到沾污：
- 把电极放入合适的溶剂中（最好用甲醇）浸泡一夜。
- 在干燥炉内以 70-80℃ 温度干燥一夜。
- 能按下列方法对电极进行电化学清洗：
 - 用甲醇注满电解槽，并把它放入装有甲醇的容器内。把电解槽与 30V / 1A 的直流电源相连接（还可采用 30V / 2A 的实验室电源装置）。
 - 颠倒电流极性 5 分钟，然后再用 5 分钟使它起化学反应。
 - 用甲醇清洗干净，然后在干燥炉内以 70 — 80℃ 温度干燥数小时。

注意 不宜采用糊状去污剂。

废液瓶

- 当聚四氟乙烯（特氟龙）密封圈不能再有效密封时（磨损或破损），就应该把抽吸管更换掉。

分子筛

- 如果漂移值始终偏离，就应该给干燥管装填新分子筛。

注意

- 如果把用过的分子筛放在 160 — 300℃ 温度的干燥炉干燥 24 小时，就可使其重新使用。

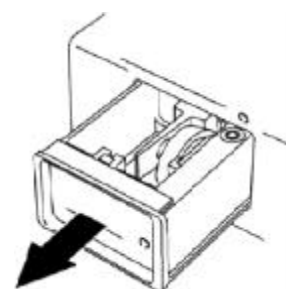
泵单元

如果隔膜泵已不再工作，则可按下述方法更换：

- 拉出泵单元并插入新的。

磁力搅拌器

如果磁力搅拌器损坏，可把它更换掉。



电池

安装在库仑仪内的电池使用寿命约为 5 年。该电池只能由梅特勒 - 托利多公司的维修部更换。

处理

如果你想转让库仑仪，可与梅特勒 - 托利多公司的经销商联系。

10.5 TTL 输入和输出口的使用（仅限 DL39）

只能将梅特勒 - 托利多 Stromboli 卡氏炉样品转换器的插头，插入 TTL 插口。

11 标准件和选配件

你能从梅特勒 - 托利多公司订购以下仪器及部件。

11.1 标准件

	卡尔菲休库仑法水份测定仪		样品封塞 (PTFE) 5118741
	滴定杯 51108732		隔膜 (12 片) 51108740
	磁力搅拌器 51108750		1 升棕色玻璃瓶 71296
	磁力搅拌子 51191159		垫圈 5923981
	100 - 240V 交流电外电源装置 51107777		螺旋盖 23937
	泵单元 51107479		塑料软管 长度: 0.45 米 51107490
	滴定池的固定螺钉 51108752		吸液管 (PTFE) 长度: 0.8 米 23936
	泵按钮 (蓝色) 51107600		固定管 23960



键盘保护盖
(1 只)



密封件
(滴定台上干燥管用)
51107492



带盖子的干燥管
23961



瓶装分子筛
71478



硅脂
71300



说明书
德文 **51710107**
英文 **51710108**
法文 **51710109**
西班牙文 **51710110**
意大利文 **51710111**



DM143-SC测量电极
(双铂针电极)
51107699



配用DM43-SC的电缆
长度: 0.6 米
89601



配用电解槽的电缆
51107830



注射器 (1 支)



80 × 0.8 毫米的注射针
(1 只)



内存卡
德文 **51710112**
英文 **51710113**
法文 **51710114**
西班牙文 **51710115**
意大利文 **51710116**



具有直干燥管的含隔膜
电解槽
5108751



具有直干燥管的无隔膜
电解槽
51108753

11.2 选配件



干燥炉
D0307



只与DL39D或DL39X配套的
Stromboli卡氏炉样品转
换器



D0307的适配器
51108761



配用Stromboli的
连接电缆 (仅限 DL39)
51190589

	DV705 外接滴定台		配用梅特勒 - 托利多的 AM,PM,AT, AX 天平的连接电缆 (LC 接口) 229029
	滴定托架 (不含螺钉和托架) 51108729		配用梅特勒 - 托利多的 AG,AB,PB, PG 天平的连接电缆 (LC 接口) 229065
	废液瓶 (成套件) 51108745		配用梅特勒 - 托利多连接的 AB, PB, PG-S 天平的电缆 (RS9 接口) 11101051
	GA42 打印机		配用梅特勒 - 托利多 011 含接的 AE 天平的连接电缆 59759
	Olivetti Artjet 打印机 美国版 51190986 欧洲版 51190985		配用赛多利斯天平的连接电缆 51190363
	键盘保护 (3 只) 51107666		配用 GA42 打印机的连接电缆 51190362
	用于硬件检测的连接头 51107790		配用 EPSON / HP 兼容打印机 (如 Olivetti Artjet) 的连接电缆 51107780
	注射器 (100 只) 1 毫升 71492 10 毫升 71482		配用 D0307 的干燥管 (折弯) 51108639
	注射针 (12 根) 80 × 1.2 毫米 71483 80 × 0.81 毫米 71484		干燥管 (直) 51108733
	接口说明书 德文 51709875 英文 51709876		

12 技术数据

电源（外电源装置）

电压	100 — 240VAC $\pm$ 10%
频率	50 / 60Hz
功耗	45VA
保险丝	T3, 15H250V（非互换型）
电压	24V 0,8A / 5V 1,2A

尺寸

宽度	240mm
长度	305mm
高度	370mm
重量	约 3.5kg

材料

外壳	聚丙烯
滴定台	聚丙烯
键盘	聚酯
滴定杯	玻璃
吸液管	聚四氟乙烯

环境条件

环境温度	+ 5 °C... + 40 °C
环境湿度	最高湿度为 80 % (40 °C)
使用场所	室内
过电压级别	II 级
污染程度	二类

测量系统

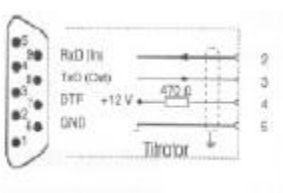
KF 输入	三芯插座
传感器极化电流	1 μ A, 2 μ A 或 5 μ A
终点电压	100mV
电解电流	60mA, 100mA, 200mA, 400mA（范围自动调节）
电解电压	28 V（脉动）
最大允许误差	< 0.2%

输出	
输出口	8 针插口 (miniDIN)
磁力搅拌器	步进马达
速度	软件控制 (1-100 %)
功率	2 W (24 V)
最高速度	1050 rpm (40% $\approx$ 600 rpm, 70% $\approx$ 1050 rpm)
输出口	5 针插口 (mini DIN)
磁力搅拌器	直流马达
速度	软件控制 (1 – 100 %)
电压范围	0 到 18VDC (最大电流 300mA)
泵电压	24VDC (最大电流 400mA)
磁力搅拌器 (步进马达)	
最高速度	1050 rpm
功率	2W
隔膜泵	
电压	24VAC (4W)
产生压力	约为 150mbar
显示器	
液晶显示	6 行, 每行 20 个字符, 背景照明
显示语种	德文, 英文, 法文, 西班牙文, 意大利和俄文
存储器	
卡尔菲休标准方法	1
初用指导方法	1
梅特勒方法	5 (DL39)
用户用法	最多 50 个 (DL39) / 最多 1 个 (DL32)
接口	
TTL 输入 / 输出口	9 针接插件

可能连接的外围设备

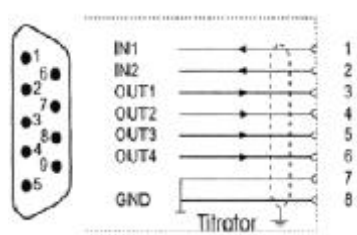
天平	梅特勒 - 托利多天平和赛多利斯天平是通过 RS232C 接口（9 针插口）连接的。
打印机	GA42 打印机是通过 RS232C 接口（9 针插口）连接的。 具有并行接口的 EPSON 兼容打印机是通过 Centronics 接口（25 针插口）连接的。
电脑	是通过 RS232C 接口（9 针插口）连接的：双向传送，防短路。 信号交换：发送装置开启 / 关闭，无硬件交换信号
交换器	通过 TTL 输入 / 输出插口（9 针插口）

RS232C 接口接插件（天平 / GA42 打印机 / 电脑）



- 2 送到库仑仪的数据
- 3 发自库仑仪的数据
- 4 发自待机状态的库仑仪的交换信号
- 5 与库仑仪进行电气连接的接地信号

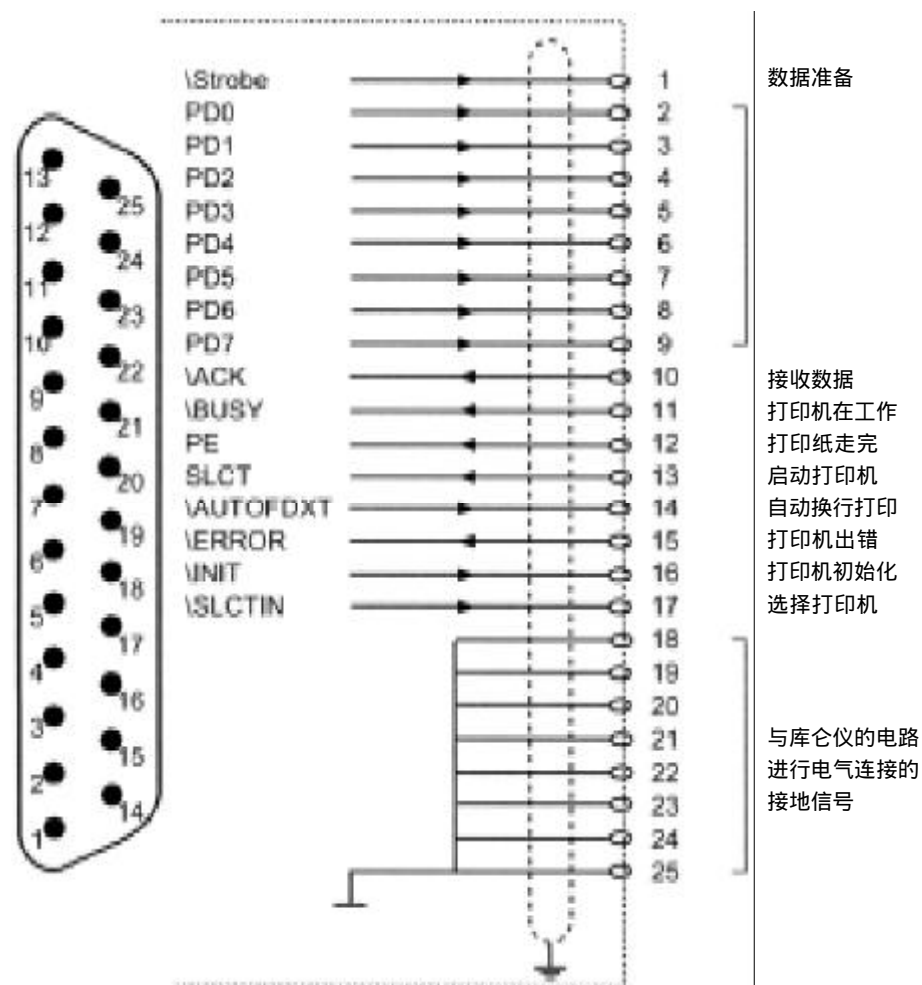
TTL I/O 插口



- In（输入）** TTL（逻辑电路）；防短路；脉冲 $\geq 150\text{ms}$ （库仑仪的输入信号必须至少为 150ms ）
- Out（输出）** 晶体管集电极电
 - V_{ce} 最高 = 24V
 - I_c 最大 = 20mA
- GND(接地)** 与库仑仪进行电气连接的接地信号

Centronics 插口

图 3



索引

A

分析	33
阳极电解液	6
应用手册	5
箭头键	10
自动启动	23、39
辅助功能键	12
辅助功能	45

B

天平	16、39、59、68
电池	61
蜂鸣	19
空白（值）	23、30、41、51
溴数	6
溴指数	6、29、42

C

计算	24、25、39
计算公式	43
计算	48
（反应）能力	19、51
同轴	69
清洁	60
命令键	10
电脑	17、59、68
控制参数	23

D

日期	18
密度	22
隔膜	6
显示测试	55
处理	61
漂移	24、34、41、51
漂移补偿	39
漂移终止	23

E

电极	59
电解液	12
终点	23
输入键	12
输入	22
安装滴定座	57
出错	52
出错信息	52
退出键	10
“专家”模式	18、75

G

电解槽	6、17、59
-----	---------

H

硬件测试	51
“Hello”功能	51

I

i 键	11、51
ID	22
信息菜单	51
输入口	56
安装	57
安装废液瓶	58
接口	55
碘	6

K

键盘测试	55
卡氏标准方法	20、21

L

语言	13、18
----	-------

M

磁力搅拌器	59、61
主菜单	14
保养	57、60
故障	52、54
最大相对标准偏差	25
测量电极	6、59
菜单键	11
方法	20、35
梅特勒方法	20、28、29
搅拌时间	22

O

操作理念	9
操作	9
操作安全性	7
选购件	64
输出口	56
卡氏炉样品转换器	17、43

P

外围设备	15
极化电流	23
后消耗	39
预滴定	34
测量原理	6
打印机	15、59
泵	45
泵单元	61
泵液时间	19
操作准备	9

R

重新计算	47
报告	25、48
复原	11
结果	24
结果值	35、45、46
“常规”模式	19、75
RS232C 接口	68

S

安全措施	7
样品转换器	17、43
样品测定	36、37
样品参数	22
维修	60
设置值	18
设置	14
速率	22、35
标配设备	63
待机	25
待机模式	35
启动某一方法	33
统计计算	25、40、49
统计系列	50
搅拌器	12、45
存放程序	26
Stromboli	17、31、43

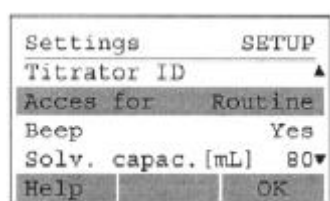
T

TBOX	59
技术数据	66
终止参数	23
时间	18
滴定座	16
滴定仪编号	18
逻辑电路输入 / 输出	56、68
指导	10
类别	22

U

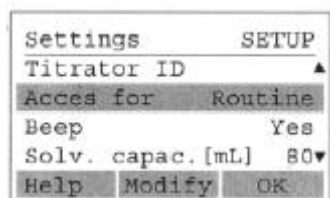
用户列表	18
用户方法	11、20、28、29

从“常规”模式切换到“专家”模式



从设定菜单中选择该选项。

- 在保持<Shift>键往下按的同时，按三次<1>键；



把<F2>键指派成“Modify”，就能使你选择“专业人员”方式了。

- 用<F3>，“OK”键确认以存储此改变。