

MA-1 型智能卡尔费休水分测定仪

使用说明书

上海本昂科学仪器有限公司

一、概 述

MA-1 智能卡尔费休水分测定仪是上海本昂科学仪器有限公司最新研制的新一代水份测定仪。该产品采用最新的机械电子设计技术和以人为本的人性化界面设计理念，测量精度显著提高、操作使用简洁方便。

仪器采用卡尔费休容量法测定水份，可测量液体、固体和气体试样中的结晶水、吸附水、游离水。可广泛用于石油化工、制药、日用化工、食品、农业、实验室等诸多行业。

1.1 主要特点

1.1.1 由双铂电极极化电压判别反应终点，并终止滴定

1.1.2 系统全封闭，可自动更换溶剂和排出废液，避免有毒试剂外逸

1.1.3 测量结果自动记忆

1.1.4 搅拌 PWM 无级调速，操作菜单选择

1.1.5 超大彩色 TFT 触摸液晶显示屏，触摸液晶菜单式操作

1.1.6 全程动态提示，WINDOWS 操作风格，使用极其方便

1.1.7 多种结果(水分含量、百分含量、ppm 含量、卡氏试剂消耗量)同时显示。彩色滴定曲线动态显示

1.1.8 仪器状态、计量泵进样量、当前时间、三通位置、电极测量值等参数即时显示

1.2 注意事项

1.2.1 仪器如长期不用，应放空液路中所有卡氏试剂及废液，然后用无水甲醇反复清洗液路和反应杯(具体操作见维护和保养项)

1.2.2 使用前请仔细阅读本使用说明书并正确设置参数

二、技术参数

2.1 测量范围：10ppm~100%(H₂O 质量分数)

2.2 分辨率：1ppm

2.3 系统误差：≤0.2%

2.4 终点电阻：600~5000 Ω 连续可调

2.5 快滴位置：1000~9999 连续可调

2.6 终点延时时间：10~300 秒连续可调

三、部件介绍

3.1 指令模块正面结构(见图 1)

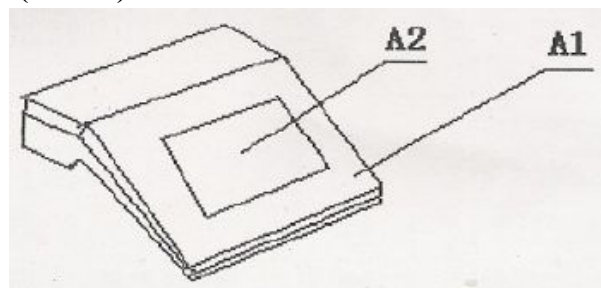
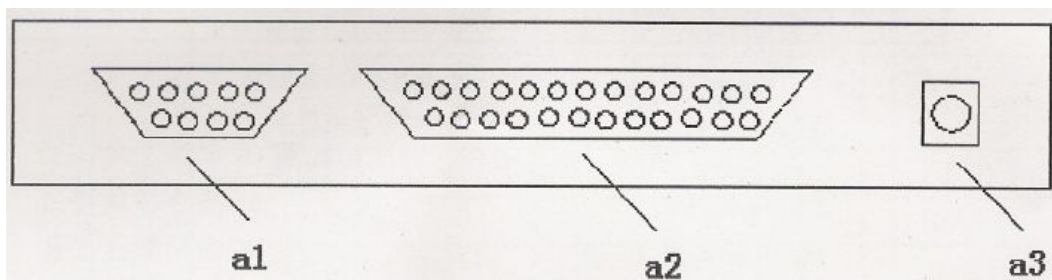


图 1 指令模块(正面图)

A1 指令模块主机 A2 触摸显示屏

3.2 指令模块背面结构(见图 2)



a1: 专用打印机接口 a2: 执行模块接口 a3: 双芯电极插座

图 2 指令模块(背面图)

3.3 执行模块正面结构(见图 3)

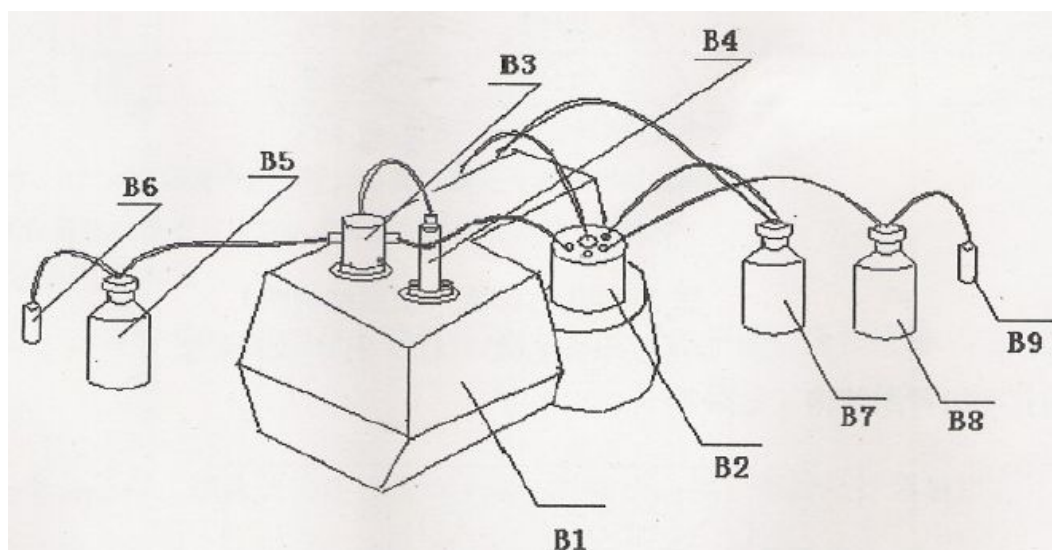


图 3 执行模块(正面图)

B1 执行模块主机 B6 干燥器瓶
 B2 五口瓶 B7 无水甲醇瓶(用户自备 500ml 瓶)
 B3 三通 B8 废液瓶(用户自备 500ml 空瓶)
 B4 泵体 B9 活性炭瓶
 B5 卡尔费休试剂瓶(用户自备 500ml 瓶)

3.4 五口瓶分解图

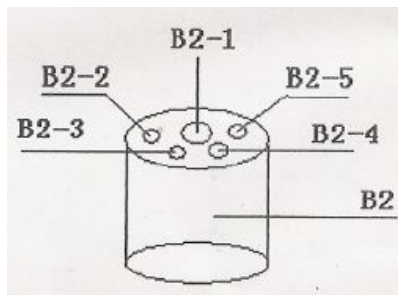


图 4 五口瓶分解图

3.5 三通分解图

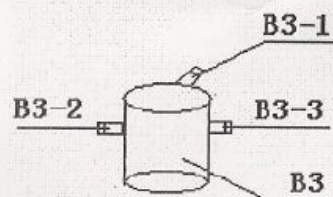


图 5 三通分解图

注：1.为了能使用户了解安装程序，故编制图 4、图 5，以便于更方便地进行自行安装。

2.图 4、图 5 为配件上部目视图。

3.6 执行模块背面结构(见图 6)

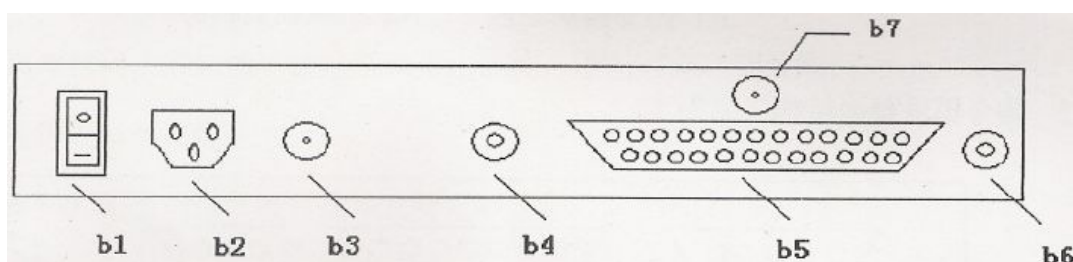


图 6 执行模块(背面结构图)

- b1:电源开关
- b2:电源插座(220V)
- b3:保险丝座
- b4:排废液压气孔
- b5:指令模块接口
- b6:吸甲醇压气孔
- b7:打印机连接电源

3.7 专用打印机正面结构：(见图 7)

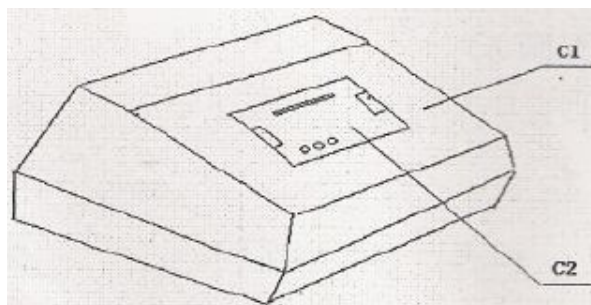


图 7 专用打印机（正面结构图）

- c1 专用打印机主机
- c2 打印纸放置槽

3.8 专用打印机背面结构(见图 8)

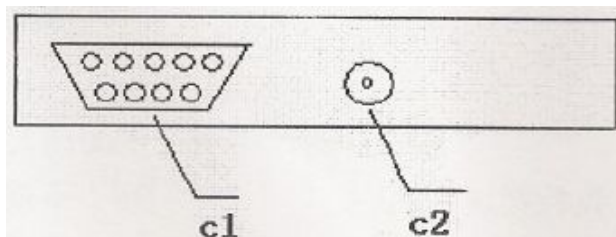


图 8 专用打印机(背面结构)

- c1: 指令模块接口
- c2: 电源插座

注：专用打印机为用户选配项，不作为基本配置。

四、产品安装和调试

当您对产品的结构了解以后，结合下表所罗列的安装必须的随箱配件及仪器主要的连接端口，您只要一对应就可以方便的进行安装了(见表 1)。

4.1 配件连接端口对应表/装箱配料单(端口→配件→端口)

| 序号 | 名称 | 数量 | 对应端口连接 | 备注 |
|----|---------------------------|-----|----------------|-------|
| 1 | 4 芯电缆线 | 1 根 | a 1→c 1 | |
| 2 | 9 芯电缆线 | 1 根 | a 2→b 5 | 选配 |
| 3 | 双芯铂电极 | 1 根 | a 3→B2-5 | |
| 4 | 加制硅胶塞—软管 | 1 套 | B2-1→b4 | |
| 5 | 聚氯乙烯管十滴液管 | 1 套 | B2-2→B3-3 | |
| 6 | 硅瓶塞+透明胶管+聚氯乙烯管十吸 甲醇玻璃管 | 1 套 | B2-3→B7 B7→b 6 | |
| 7 | 硅瓶塞+透明软管+活性炭瓶(B9) | 1 套 | B2-4→B8 B8→B9 | |
| 8 | 聚氯乙烯管+接头 | 1 套 | B3-1→B4 | |
| 9 | 硅瓶塞+聚氯乙烯管+干燥器瓶(B6) | 1 套 | B3-2→B5 B5→B 6 | |
| 10 | 打印机电源连线 | 1 根 | b 7→c 2 | 选配 |
| 11 | 保险丝 | 3 支 | →b 3 | 10/3A |
| 12 | 执行模块电源线 | 1 根 | →b 2 | |
| 13 | 指令模块主机(A1) | 1 台 | | |
| 14 | 执行模块主机(B1) | 1 台 | | |
| 15 | 打印机主机(C1) | 1 台 | | 选配 |
| 16 | 五口瓶(B2) | 1 只 | | |
| 17 | 合格证 | 1 张 | | |
| 18 | 说明书 | 1 本 | | |

表 1 配件连接端口对应表

注：1、B5、B7、B8 项需用户自配，并将各项附件连接到相应部位。

2、在仪器正式使用前请确认是否所有连接均正确安装完毕!

五、仪器检测过程操作及要领

当仪器按照图示安装结束后，就可进入仪器使用阶段。为了能更好地操作仪器，下面我们将介绍测试样本的各项过程：

5.1 使用前的准备工作：确认仪器连接安装无误，并检查各接口是否已拧紧旋钮；

5.2 吸甲醇：打开仪器电源开关，点击显示屏“进入”键，屏幕显示主菜单，再点击“吸甲醇”键，界面进入吸甲醇项，长按该界面“进入”键，仪器开始向五口瓶中吸入无水甲醇状态，此时应将加料孔瓶塞放松(以甲醇液面浸没电极两电极柱位置结束)。点击“退出”键，界面退至主菜单；

5.3 注液：点击“手动控制”键出现新的界面后再点击“注液”键，然后点击“进入”键，仪器开始自动进入注液状态，泵体活塞上移至上限时将自动停止，点击“退出”键，界面退至手动控制状态；

5.4 吸液：点击“吸液”键，然后点击“进入”键，仪器开始将卡氏试剂吸入泵体，直至到达下限时自动停止(吸液时三通转换阀自动转入吸液状态，吸液停止后仪器自动反转，三通阀再转入注液状态)。点击“退出”键，界面退至手动控制状态；

5.5 打空白：点击“打空白”键，然后点击“进入”键，此时仪器进入打空白(甲醇内的水分)状态，同时将第一次吸液中泵体中的空气打空，空白打完后仪器自动结束并提示打空白结束。点击“退出”键，界面退至手动控制状态，再按“退出”键，界面退至主菜单；

5.6 标定：点击“标定”键，然后点击“进入”键，然后用 10 μ l 微量注射器向五口瓶中注入 10 μ l (10mg)蒸馏水，点击“进入”键，仪器开始对卡氏液进行标定。可连续标定五次，仪器会将标定结果自动存入系统内存并计算出平均值。待结束后，按“退出”键，界面退至主菜单；

5.7 样品检测：待标定结束后，仪器就可以对样品进行自动检测了。点击主菜单“样品检测”键，再点击“样品重量”，按界面提示输入样品重量，按“确认”键，再点击“延时时间”(一般情况下，样品是液体延时时间为 10-15 秒即可，样品如是固体，可根据其溶解度大致为 30—60 秒)按“确认”键，然后点击“进入”键，仪器进入自动检测状态；若进行多次检测且样品重量不同，需重复 5—7 项操作；

5.8 排废液：待仪器连续多次检测结束后，五口瓶中的溶液会逐渐增多，当目视溶液超出五口瓶容积一半时，应先排掉一部分废溶液。此时点击主菜单“排废液”键，长按“进入”键后，仪器将五口瓶中的废液自动向废液瓶中排出；

5.9 数据显示：待整个过程结束后，仪器会将整个检测结果储存在内存中。按“查看报表”可查询结果。

六、操作说明

6.1 开始

开启电源后，如果仪器电路连接正常，将依次显示两幅欢迎画面(见图 9)，然后显示主菜单，并提示用户进行准备工作。这时可检查管路、更换试剂瓶、废液瓶，确定无异常后，按确认进入主菜单。

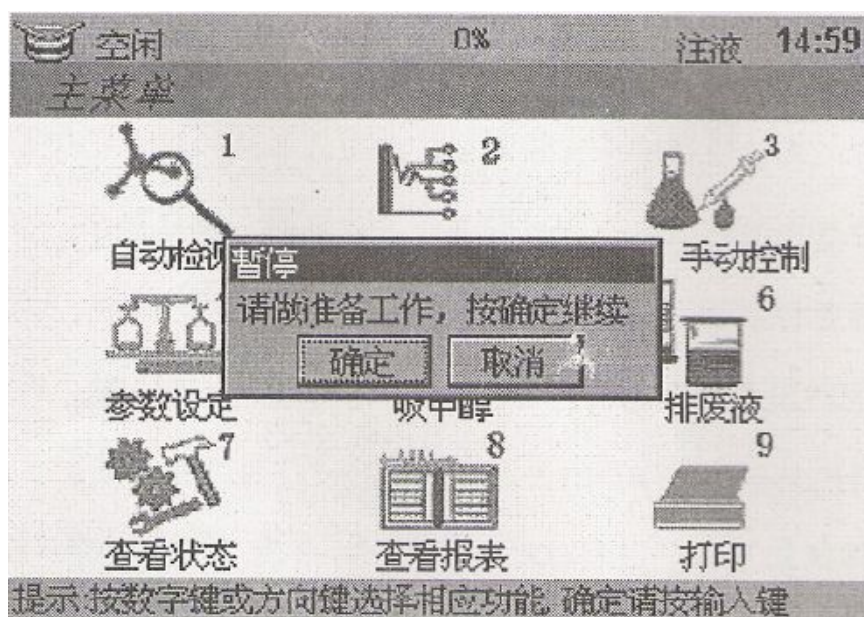


图 9

6.2 主菜单

主菜单显示状态 (见图 10)

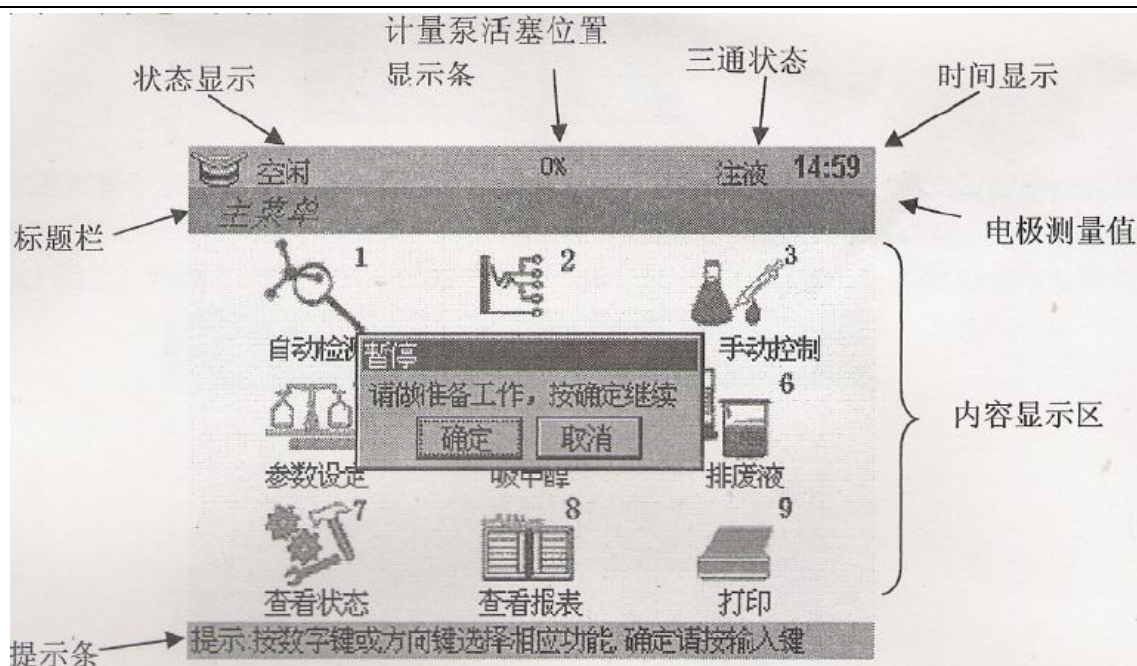


图 10

6.2.1 状态显示栏：显示当前正在进行的任务

6.2.2 活塞位置显示条：显示计量泵活塞位置。当刚开机时，显示位置可能不正确，但当活塞到达一次上限或下限开关后，显示就比较准确了

6.2.3 三通状态区：显示当前三通位置。注液位置为墨绿色显示，吸液为红色显示

6.2.4 时间显示区：显示当前时间

6.2.5 电极测量值：显示当前电极两端阻抗测量值

6.2.6 标题栏：显示当前所在功能标题

6.2.7 内容显示区：显示当前功能的内容

6.2.8 提示条：显示即时提示。

6.3 自动检测

在主菜单上选择“自动检测”后，进入自动检测程序。程序首先对仪器进行检查，看是否满足测试要求。要正常进行测试，需要满足以下 2 个要求：

1) 电极电位达到终点位置，即滴定池空白已打好；

2) 已经对使用的卡氏滴定液进行过标定(具体见 5-4 项)。

如果这些要求有任何一项没有满足，将显示图 11 画面(可能会稍有不同)

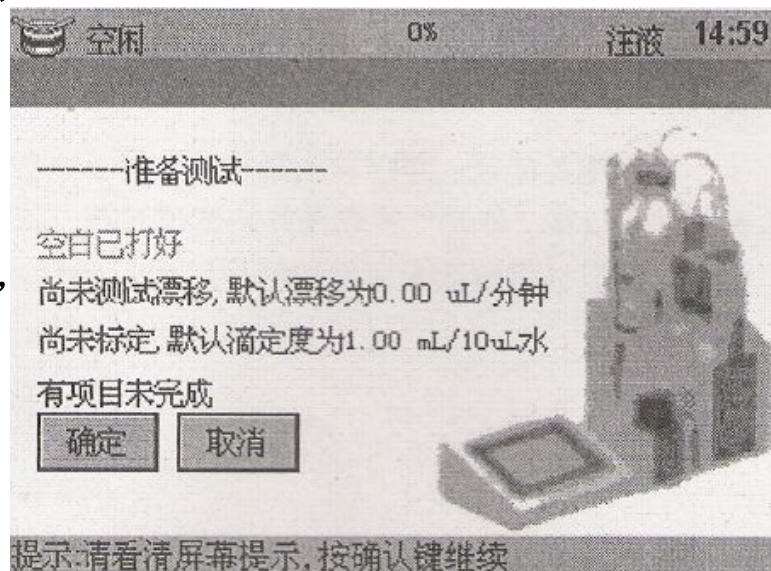


图 11

没有满足的项目将用红色显示出来，程序将自动查找上次的有效值当作默认值，如果没有查找到有效的数字，将自动设置一个可用的数字。

对于有些测试，不需要满足以上的每个要求，可以按确认键继续进行测试。也可按取消键退出测试。如果所有的要求都已满足，以上画面将不显示。在此界面上按取消键将退回主菜单(见图 12)。

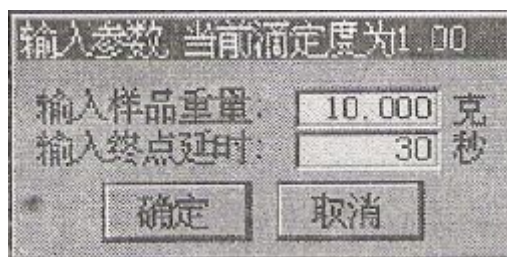


图 12

选择继续测试，接着将跳出编辑框，要求输入样品重量和滴定延时，这时可将样品加入滴定池，盖上加样孔塞，然后输入数据后按确认。在此界面上按取消键将退回主菜单。

按确认后，仪器将自动进行测试，并显示测试的曲线及各种数据如下所示(见图 13)：

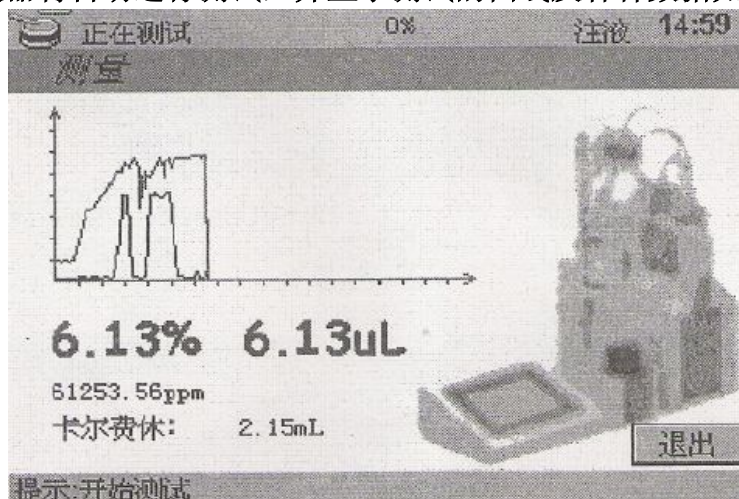


图 13

图 13 中，上部是滴定过程的测试曲线，红色代表电极电阻，蓝色代表进样量。曲线下方两个红色数据是百分含量和水分值，再下面的蓝色是 ppm 含量，然后显示的是蓝色的卡尔费休消耗量。

滴定结束将显示滴定结果（见图 14）：



图 14

按确认将保存结果并关闭对话框，以后可在主菜单“查看报表”处调阅，不储存则按取消关闭对话框。

对话框关闭后，程序自动跳至输入样品重量和滴定延时的编辑框处，等待再次测试。在测试的任何时刻，可以按“取消”键取消终止测试过程，此时将弹出如下对话框询问是否退出测试，按确认将退出测试，按取消将继续未完成的测试过程(见图 15)。

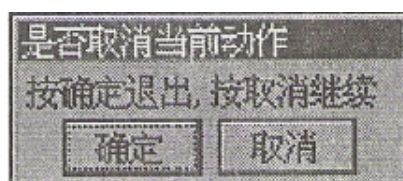


图 15

6.4 标定

在主菜单上选择“标定”后，进入标定程序。首先将询问是否准备好进行标定，按确认键将继续进行标定，按取消退出。如下所示(见图 16)：

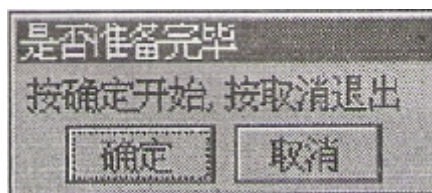


图 16

按确认键进入下一步标定过程后，程序进入计算标定平均值功能。程序将记录开机以来做过的五次标定结果，将五次的值取平均值。如果没有做够五次，将取做过的次数结果取平均值。没有做过的结果记为 0.00ml / 10 μ l。如图 17 所示(实际显示数值为测试值，与图中不一定相同)

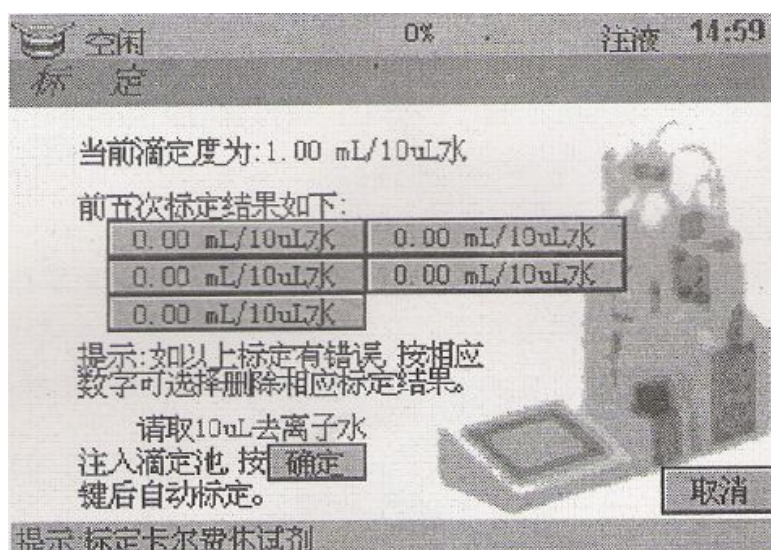


图 17

图 17 中，第一行的红色数值即为平均后的结果，第三到五行的按钮上数值为以前做过的最后五个标定结果。在此界面上按取消键将退回主菜单。

如果对这五次结果的某一次不满意，可按相应的按钮键，这时将弹出如图 18 所示对话框，确认无误后可按确认键删除该记录，按取消则不删除该记录。记录删除后，红色的平均值将即时更新。

如一切准备就绪，可取 10 μ l 去离子水加入滴定池，按确认键开始标定。此时，屏幕实时显示卡尔费休滴定液消耗量，当滴定结束时，将跳出完成对话框显示滴定度，如图 19 所示：

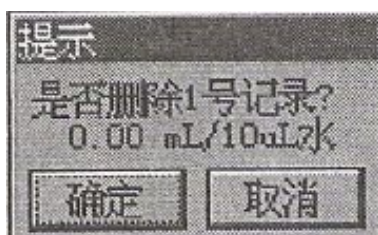


图 18

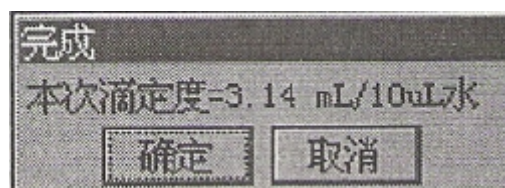


图 19

如果标定值明显不对，将显示如下对话框，提示您此次标定失败(见图 20)：

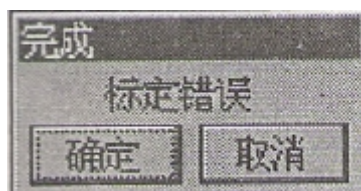


图 20

按确定后，重新进入计算标定平均值功能，等待进行下次标定。
与自动测试相同，在标定的任何时刻，可按取消键选择后退出标定。

6.5 手动控制

在主菜单上选择“手动控制”后，进入手动控制功能(见图 21):

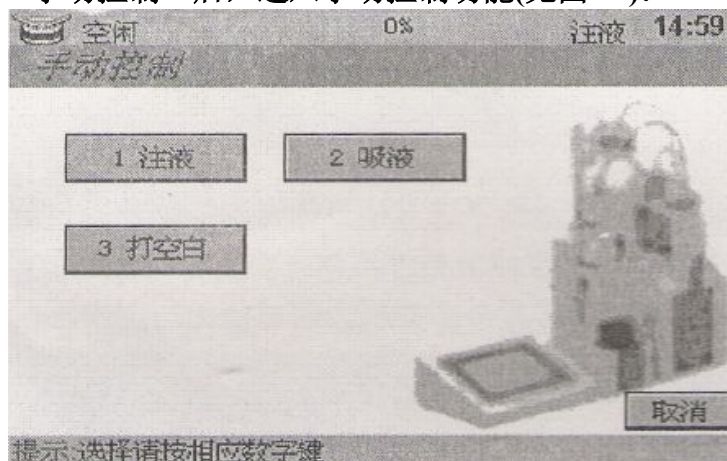


图 21

这里有三个手动功能，可点击按钮选择不同功能。

点击按钮 1 后，选择注液功能，跳出如下提示框(见图 22)，如确定要注液，可按确定键，按取消键可退出。

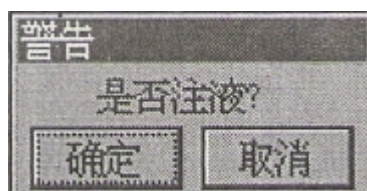


图 22

按确定键后显示如下画面(图 23)，然后三通自动转到注液位，计量泵将注液至计量泵注液最大值。

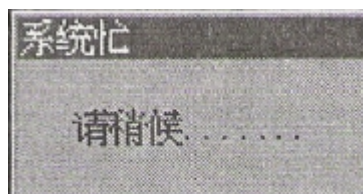


图 23

如果注液中途需要停下，可按取消键选择停止。

点击按钮 2 后，选择吸液功能，操作方式与注液相同。功能是吸液至计量泵最大容积。
点击按钮 3 后，选择打空白功能。空白打好后显示如下对话框(图 24):



图 24

以上三个功能键均可按取消键选择停止，在未完成或取消前不可切换至其他功能。

6.6 参数设置

在主菜单上选择“参数设置”后，可进行参数设置。详见下一章“功能设置”。

6.7 吸甲醇

在主菜单上选择“吸甲醇”后显示吸甲醇按钮，按下确定后吸甲醇，松开后停止，按取消回到主菜单。

6.8 排废液

在主菜单上选择“排废液”后显示排废液按钮，按下确认键后排废液，松开后停止，按取消键回到主菜单。

6.9 查看状态

在主菜单上选择“查看状态”后，显示仪表开机以来的所有动作，可作为出错时检查的依据。

6.10 查看报表

在主菜单上选择“查看报表”后，显示所有储存的测试值。

6.11 打印

如需打印请可购买本厂配套打印机。在主菜单上选择“打印”后，进入打印功能。进入打印功能后，如未检测到打印机显示如下(图 25)：

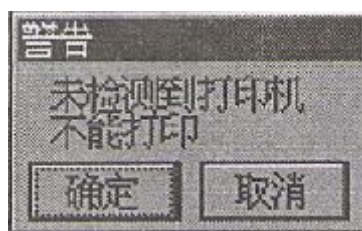


图 25

按确定或取消键退出。

如检测到打印机，进入如下画面(图 26)：

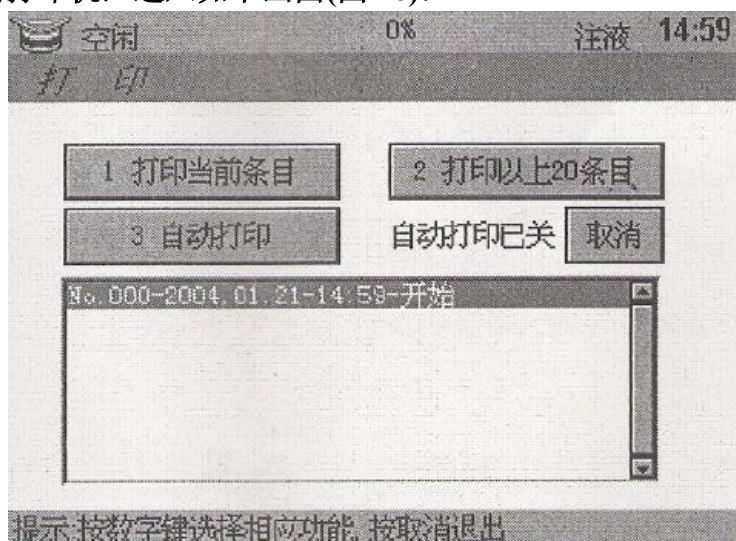


图 26

按钮 1: 打印下方列表框选中的条目

按钮 2: 打印下方列表框选中的条同及以上的共 20 个条目

按钮 3: 自动打印开关, 开关的状态在旁边显示。开启自动打印时每次测量结束按确定键保存后自动启动打印程序打印测试值。

七 功能设置

请正确理解各参数含义, 并正确设置后使用。

在主菜单选择“设定”后进入设置菜单, 显示如下(图 27)

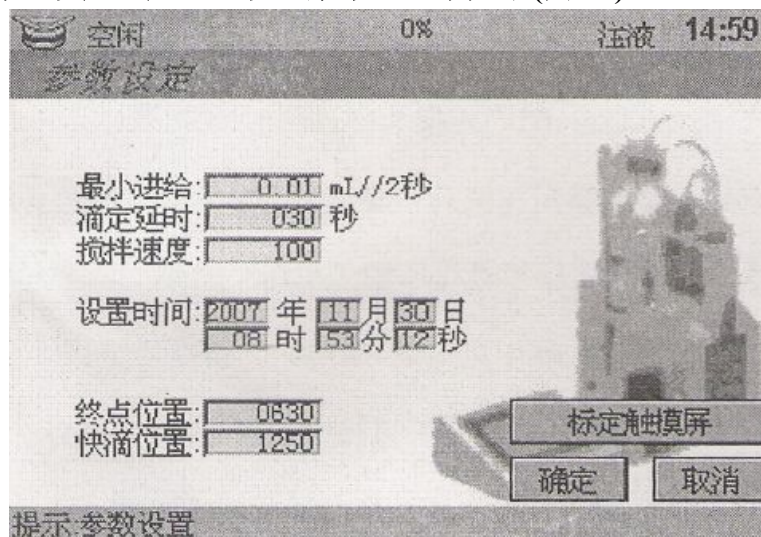


图 27

点击编辑框显示输入对话框如下, 可输入合适数值(图 28)。



图 28

标定触摸屏

按钮可标定触摸屏, 见下一章“标定触摸屏”。

7.1 最小进给

有些测试精度要求不高, 为加快测试过程, 可改变最小进样量, 使反应接近终点时每次进样最增加一些, 从而快速接近终点。可设置范围为 $0.01\text{ml}/2\text{s} \sim 0.03\text{ml}/2\text{s}$ 。

7.2 滴定延时

设定滴定到达终点时, 在终点等待几秒算滴定结束。延时与被测物有关, 对于水分难以溶出的被测量物质, 延时适当增大。调节范围 10-300 秒

7.3 搅拌速度

搅拌的目的是测量瓶溶液均匀，以搅拌珠不起跳、不碰撞，溶液不起沫为准。在设置时搅拌速度随输入同步改变。调节范围同 0-600。

7.4 设置时间

设置当前时间，如没有改变则系统时间不会改变。

7.5 终点位置和快滴位置的设置：

仪器在滴定过程中，要保证滴定的精度，但是又不希望滴定的样品时间过长，这时可以通过调节终点位置和快滴位置两项来实现。

由于卡氏滴定液存在不同的生产厂家所使用的不同配方，导致溶液的电解质也各不相同，最终滴到终点的电阻值也有较大的差异。通过调节终点位置的电阻来确定该种卡氏的终点值可有效解决上述问题，具体确定方法可通过滴定终点反应杯中的颜色来确定。当目视反应杯中溶液为桔黄色即可视为终点电阻；如果为暗红色，说明终点电阻调节得太少，需适当提高。

在滴定过程中，双芯铂电极的感应电阻值是从大到小变化的，本仪器出厂时终点电阻设定为 $1500\ \Omega$ ，即表示在滴定过程中，双芯铂电极感应电阻值为 $1500\ \Omega$ 时，滴定自动停止，待设定延时结束后，滴定完毕。为了使滴定样品的时间不能太长，就应在滴定开始过程使用“快滴”，到达终点电阻附近时使用“慢滴”。对于一些难以溶解的样品快滴时间应短些，而慢滴时间应长些；相反，对于液体样品可以反之操作。具体操作可通过调节“快滴位置”来确定。本仪器出厂时“快滴位置”初始设置为 $2400\ \Omega$ ，用户在滴定时如感到快滴太少，需加快滴定时间，则应减少“快滴位置”值；相反如感到快滴太多，则反之操作。用户在使用唯一品牌卡氏溶液时要通过数次调节来确定最佳值。

八 标定触摸屏

作为人机界面重要的输入设备，要顺畅的与仪器交互需要准确标定触摸屏与液晶屏的对应关系。如果开机后按屏幕没有反应，可能是触摸屏标定值不正确，这时，可关闭仪器，按住触摸屏不松手，同时开机，则可进入标定触摸屏界面。

也可通过设置菜单进入标定触摸屏界面。进入后显示如下(见图 29)：



图 29

点击十字中心，显示如下(图 30)



图 30

再次点击十字中心。按屏幕提示点击第三点完成后，出现一下画面（图 31）：



图 31

这时，随意点击屏幕一下，标定数据将保存入仪器，然后继续运行后续程序。

九 打印和储存

9.1 查看报表：

本菜单内可查看储存的一百条测试结果，并可对不需要的结果进行删除操作。当进行了删除操作后，菜单标题旁会出现红色“*”号提示，表示内容已更改。这时，按取消键退出此菜单将出现消息框(提示是否保存或修改)，按确定键将保存做所的修改，按取消键将放弃修改结果。

注：1、报表内容修改后再退出时，按提示操作后才储存在系统内存中，中途断电将不会修改储存内容。

2、频繁修改内存内容会影响闪存寿命，不推荐进行非必要的修改。

本菜单有三个操作按钮：

- a) 全部删除：按数字 1 键，将删除所有记录；
- b) 删除当前条：按数字 2 键，将删除列表框中尚前选中的条目；
- c) 撤销：为防止误删除，可撤销前一次操作内容，按一次撤销一步，最多可撤销五步。按确定或取消键均可推出此菜单，如修改过内容将出现提示框。按提示操作后回到主菜单。

9.2 打印菜单(如用户选配专用打印机, 请阅读):

按照第四项安装调试打印机设备。

进入本菜单, 系统首先检测打印机是否在线, 如打印机未联机, 显示警告框; 此时按确定键将回到主菜单, 如打印机联机正确, 将进入打印菜单, 显示如下内容
此菜单中有三个按钮:

- a)打印当前条目: 按数字 1 键或确定键, 将打印列表框中选中的内容;
- b)打印以上 20 条目: 按数字 2 键, 将打印列表框中选中的条目及以上的记录条目共 20 条
- c)自动打印: 每按一次数字 3 键, 将切换自动打印开, 关状态。自动打印打开后, 每次测量结束时, 如果选择保存结果, 将自动将结果打印出来, 按取消键, 可回到主菜单。

十 仪器保养及注意事项:

仪器的保养好坏会直接影响设备的寿命, 因此建议用户认真阅读以下事项并遵照要求操作:

10.1 在测试过程中, 应避免溶液对人体的伤害。且在使用过程中应尽量将各种溶液洒在仪器表面, 如果不慎滴在仪器表面, 立即用软纸或布吸附擦干。

10.2 在安装仪器过程中, 务必将与三通转换阀的三个接头连接的软管用力套到底部, 并拧紧旋钮。泵体的红色有机玻璃管及上面的接头也必须同样操作。

10.3 如干燥器瓶中硅胶变成红色或白色, 应及时更换。或将变色硅胶置入 105℃烘箱中加温, 待其还原成蓝色后放入干燥管中冷却至常温后使用。

10.4 在吸甲醇过程中, 应将加料孔硅胶塞放松(保持一定空隙)或将排废液瓶塞适当抬高, 避免因气压加大造成边吸甲醇边排废液的现象。

10.5 仪器连续多次使用后, 会使反应杯中的溶液颜色变深, 这是电极纯化导致。此时需要用重铬酸钾清洗液清洗电极, 一般建议浸泡时间为 10-20s 即可。

10.6 在做某种样品(特别是含水量极低的样品)时, 连续数次测试后, 可能会使测量数据越来越大, 精度越来越低。此时应将反应杯中的溶液全部排空, 重新吸入新的甲醇, 待打空白后再做测试即可。

10.7 卡氏试剂具有较强腐蚀性, 因此如仪器长期不用应及时排空卡氏试剂并用甲醇冲洗干净, 具体步骤如下:

10.7.1 首先, 在手动控制位按住“注液”键后, 让泵体内的卡氏试剂注空;

10.7.2 将吸液管提离到卡氏试剂瓶液面之上, 按住“吸液”键后泵体活塞下移, 使吸液管路内的溶液注入到泵体内, 然后按“取消”键, 使仪器停止吸液;

10.7.3 拧开泵体红色有机玻璃上部旋钮后将有机玻璃拔出, 用吸纸或棉絮吸干泵管内残留溶液, 然后复原;

10.7.4 用甲醇瓶替代卡氏试剂瓶, 在手动位置反复按“吸液”、“注液”直至整个管路被甲醇冲洗干净为止;

10.7.5 排空废液, 长按“注液”使泵体活塞到顶部后, 关闭电源。

十一 仪器装箱清单(见 4.1 项表 1):

附录: 推荐的取样量

| 估计水分含量% | 取样量 g 或 ml | 估计水分含量% | 取样量 g 或 ml |
|------------|------------|----------|------------|
| 0.005 以下 | 100 以上 | 0.6—1.0 | 1.0—1.5 |
| 0.005—0.01 | 50—100 | 1.0—5.0 | 0.2—1.0 |
| 0.01—0.1 | 10—50 | 5.0—10.0 | 0.1—0.2 |
| 0.1—0.3 | 3—10 | 10—20 | 0.05—0.1 |
| 0.3—0.6 | 1.5—3 | 20 以上 | 0.1 以下 |

感谢您使用本昂仪器卡尔费休水分测定仪产品
如有疑问请来电咨询，我们的专业技术人员会随时等候

上海本昂科学仪器有限公司

全国统一服务热线：400 6669217

地 址：上海市共和新路 435 号凯鹏国际大厦 18 楼 G 座

电 话：(021) 61552602

传 真：(021) 65979868

邮 编：200070