

## 友情提示

- 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。
- 为防止触电，必须确保本仪器有良好的接地。
- 在仪器通入电源后，不可打开仪器的外壳；检查仪器时，请切断电源。第一次安装时，在仪器一切连接完成后并检查无误后再通电。

## 目 录

<b>1</b>	<b>ZDY-500 型自动永停滴定仪安装</b> .....	2
1.1	安装所需的工具和部件.....	2
1.2	ZDY-500 型自动永停滴定仪安装.....	2
1.2.1	仪器的安装.....	3
1.2.2	滴定装置的安装 .....	4
<b>2</b>	<b>ZDY-500 型自动永停滴定仪操作指南</b> .....	5
2.1	简介.....	5
2.1.1	ZDY-500 型自动永停滴定仪的特点.....	5
2.1.2	仪器主要技术指标.....	5
2.1.3	仪器的正常工作条件.....	6
2.1.4	仪器视图.....	6
2.1.5	电磁阀的使用.....	8
2.2	操作基本知识.....	9
2.2.1	启动 ZDY-500 型自动永停滴定仪.....	10
2.2.2	准备工作.....	10
2.2.3	滴定液的调节.....	11
2.2.4	滴定分析.....	11
2.2.5	滴定分析示例.....	12
2.2.6	关闭 ZDY-500 型自动永停滴定仪.....	13
<b>3</b>	<b>仪器维护和保养</b> .....	14

3.1	仪器维护和保养.....	14
3.2	故障排除.....	14
3.3	260 型电极预处理.....	14
<b>4</b>	<b>ZDY-500 型自动永停滴定仪的附件信息.....</b>	<b>15</b>

## 1 ZDY-500 型自动永停滴定仪安装

### 1.1 安装所需的工具和部件

在 ZDY-500 型自动永停滴定仪（套装）装运包装箱中可找到以下部件：

- |                     |     |
|---------------------|-----|
| 1. ZDY-500 型自动永停滴定仪 | 1 台 |
| 2. JB-10 型搅拌器       | 1 台 |
| 3. 260 型电导电极        | 1 支 |
| 4. 滴定装置             | 1 套 |
| 附件                  | 1 套 |

把仪器小心取出后，检查仪器型号是否有误，仔细查看仪器是否有损坏，附件是否缺少，若有问题请立即与经销商或本厂联系。

### 1.2 ZDY-500 型自动永停滴定仪安装

打开 ZDY-500 型自动永停滴定仪（套装）包装，取出 ZDY-500 型自动永停滴定仪、JB-10 型搅拌器、260 型电导电极、滴定装置以及相关附件。

**ZDY-500 型自动永停滴定仪的前视图** 见图 1



仪器前视图（图 1）

**搅拌器和测量装置** 见图 2



**搅拌器和测量装置示意图（图 2）**

**1.2.1 仪器的安装**

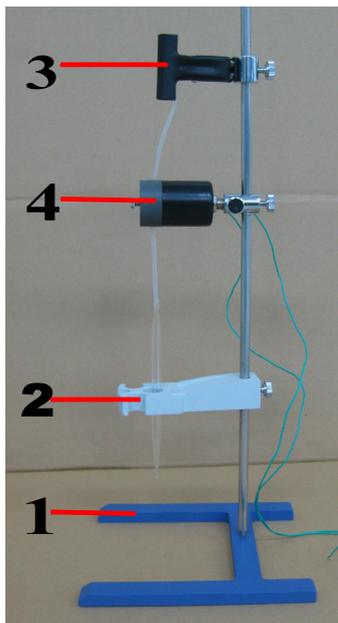
**安装环境**

仪器应在干燥、无腐蚀性气体的环境中使用，应避免高温及蒸汽；  
仪器应放置在有足够承受力的水平面上；  
应确保本仪器有良好的接地，以防触电；  
仪器使用时周围应无振动存在，否则会影响仪器测量精度；  
JB-10 搅拌器连接通用电源(9VDC,500mA,内正外负)。

**1.2.2 滴定装置的安装 见图 3**

按图示进行滴定装置的安装。(1) 支撑座，(2) 电极架， (3)

夹形件, (4) 电磁阀



滴定装置的安装示意图 (图 3)

## 2 ZDY-500 型自动永停滴定仪操作指南

### 2.1 简介

**ZDY-500 型自动永停滴定仪**适用于重氮化测法测定终点指示和其它需用永停滴定法的试验。注意，这些反应必须是如下类型的：终点前，电极上电流很小；到终点后，产生较大的电流突跃。

#### 2.1.1 ZDY-500 型自动永停滴定仪的特点

1. 采用单片机控制，液晶显示，操作方便；
2. 仪器自动判别终点，电流剧烈变化时，仪器自动进入慢滴状态；
3. 电流测量分为四挡，以适应不同的化学反应。

#### 2.1.2 仪器主要技术指标

1. 电流测量范围：0.1 $\mu$ A、1 $\mu$ A、10 $\mu$ A、100 $\mu$ A；
2. 滴定终点控制灵敏度： $\pm 5\%$ FS；
3. 极化电流检测误差： $\pm 2.5\%$ FS；
4. 容量分析重复性误差：0.2%读数；
5. 极化电压：30、50、100mV；
7. 终点设定：0-100 $\mu$ A。
8. 被测溶液温度：(5~30) $^{\circ}$ C
9. 配置滴定管：(0~10)mL，(0~25)mL；
10. 仪器外型尺寸：

主机            280mm $\times$ 210mm $\times$ 120mm

滴定装置 210mm×100mm×90mm

11. 仪器重量：5kg

### 2.1.3 仪器的正常工作条件

环境温度：(0~40)℃；

相对湿度：不大于 80%；

供电电源：交流电 (220±22) V，频率 (50±1) Hz；

周围无影响性能的振动存在；

周围除地磁场外无其它影响性能的电磁场存在。

### 2.1.4 仪器视图



**ZDY-500 型自动永停滴定仪的前面板图(图 4)**

仪器显示器为 240×128 点阵的图形点阵液晶。

仪器共有 20 个按键，其中 9 个为复用键。各按键的基本功能如下：

- ◆ “开始”：开始滴定。
- ◆ “退出”：终止滴定，进入测量状态。

◆ “极化电压”：设定极化电压

◆ “终点”：设置终点电位。

◆ “预控点”：设置预控点电位，其大小取决于化学反应的性质，即滴定突跃的大小。

◆ “灵敏度”：用于设定极化电流灵敏度 0.001 $\mu$ A、0.01 $\mu$ A、0.1 $\mu$ A、1 $\mu$ A。

◆ “1/延时”：在数字输入状态，为数字键“1”；在测量状态，设置到达滴定终点与停止滴定之间的延迟时间。因化学反应需要一定的时间，当仪器测到终点电位，关闭电磁阀后，可能电位会有反复，所以在刚测到终点电位值时不宜立即终止滴定，应延迟一段时间，若有反复则继续滴定，直到电位值不再有反复后再终止滴定。有效范围是“0～200”秒，若输入一个大于200的数字，则显示X X X，表示一直不自动终止滴定。

◆ “2/自动”：在数字输入状态，为数字键“2”；在测量状态，表示准备自动滴定。

◆ “3/手动”：在数字输入状态，为数字键“3”；在测量状态，表示准备手动滴定。

◆ “4”：在数字输入状态，为数字键“4”。

◆ “5”：在数字输入状态，为数字键“5”。

◆ “6”：在数字输入状态，为数字键“6”。

◆ “7”：在数字输入状态，为数字键“7”。

◆ “8/▲”：在数字输入状态，为数字键“8”；在查阅数据时向上翻页。

◆ “9”：在数字输入状态，为数字键“9”。



- ◆ “.”：在数字输入状态，为小数点键。
- ◆ “0/▼”：在数字输入状态，为数字键“0”；在查阅数据时向下翻页。
- ◆ “-”：在数字输入状态，为负号键。
- ◆ “确认”：数字输入完毕或动作完成。
- ◆ “取消”：取消数字输入。

### 仪器的后面板



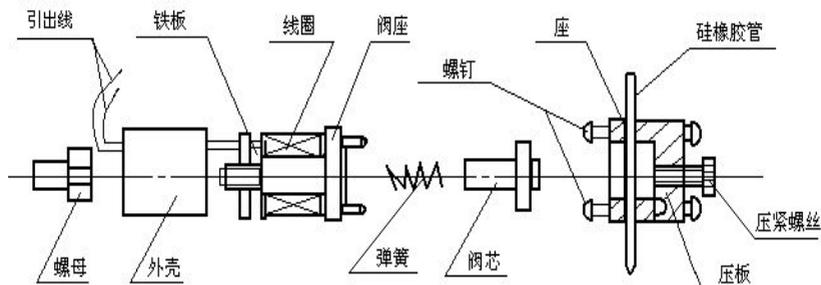
仪器的后面板示意图（图 5）

由右往左依次为

1. 电源插座：220V 电源插座，应使用本厂配置的国际通用电源线，不可随意更换；
2. 电源开关：“I”表示开启，“O”表示关闭；
3. 保险丝座：保险丝(0.5A,  $\phi 5 \times 20$ )，调换时不可随意更换规格；
4. 电磁阀接口：与滴定装置中的电磁阀三芯插头(20)连接；
5. 电极接线柱：连接 260 型电导电极。
6. 接地

### 2.1.5 电磁阀的使用

电磁阀的结构见图 6。



电磁阀的结构示意图 (图 6)

使用前应调节压紧螺丝，使电磁阀断电时，无滴液滴下；电磁阀开启时，滴液滴下，并调节合适的流量。

更换硅橡胶管时，先将图 6 中螺母拧下，将底座抽出。然后将底座上两个螺丝拧下，放松压紧螺丝，即可更换。

## 2.2 操作基本知识

本节描述操作员使用 ZDY-500 型自动永停滴定仪时可以执行的任务。

### 概述

使用 ZDY-500 型自动永停滴定仪需要进行以下几个主要步骤。它们是：

#### 1. 准备工作

## 2. 滴定液的调节

### 3. 滴定分析

此过程期间，会显示来自 ZDY-500 型自动永停滴定仪的状态消息，而且可以通过操作键盘相对应的按键更改用户的参数设置。ZDY-500 型自动永停滴定仪由主机、电极、搅拌器、滴定装置组成，本文档的下面几页将描述此过程的每个部分。

### **仪器控制**

ZDY-500 型自动永停滴定仪通常直接由功能键和显示屏来控制。操作永停滴定仪涉及下列任务：

- 启动 ZDY-500 型自动永停滴定仪。请参阅“启动 ZDY-500 型自动永停滴定仪”。
- 准备工作。请参阅“准备工作”。
- 滴定液的调节。请参阅“滴定液的调节”。
- 滴定分析。请参阅“滴定分析”。
- 滴定分析示例。请参阅“滴定分析示例”。
- 关闭 ZDY-500 型自动永停滴定仪。请参阅“关闭 ZDY-500 型自动永停滴定仪”。

#### 2.2.1 启动 ZDY-500 型自动永停滴定仪

成功的操作首先要正确地安装和维护 ZDY-500 型自动永停滴定仪，开机前，须检查电源是否接妥，应保证仪器良好接地。电极的连接须可靠，防止腐蚀性气体侵袭。

### 2.2.2 准备工作

- ◆ 按说明书安装连接滴定装置；
- ◆ 将滴定装置中的电磁阀三芯插头与电子单元的电磁阀接口连接好；
- ◆ 连接好电子单元与搅拌器的电源线。

### 2.2.3 滴定液的调节

- ◆ 将滴定液倒入滴定管；
- ◆ 开启电子单元电源，按“手动”键，按下“滴定开始”旋钮，滴定液应滴下，调节电磁阀中的压紧螺丝，使流量比较合适；放开“滴定开始”旋钮，应无滴定液滴下；
- ◆ 按上一步去除硅胶管及滴液管的气泡，并调节滴定液的起始位置。

### 2.2.4 滴定分析

- ◆ 在烧杯中放入搅拌棒，将被滴定溶液移取到烧杯，并将烧杯放在搅拌器上；
- ◆ 将 260 型电极插入被滴溶液。（如有必要，需对电极进行预处理，见附录 1）；
- ◆ 打开仪器和搅拌器电源，调节搅拌器至合适转速。
- ◆ 记下滴定管起始读数  $V_0$ ；
- ◆ 根据化学反应的性质，选择合适的“极化电压”，选择合适的极化电压（一般选择 50mV）；
- ◆ 根据表 1，按“灵敏度”键，选择“灵敏度”，选择合适的电流

检测灵敏度；

表 1

反应电流(uA)	灵敏度 (uA)
10~100	1
1~10	0.1
0.1~1	0.01
0.01~0.1	0.001

- ◆ 按“终点”键，输入合适的终点电流，一般设定 50-60 之间。
- ◆ 按“延时”键设定滴定延时时间（秒）。一般溶液设定 10 秒。
- ◆ 按“预控点”设定滴定预控点，一般设定 30。
- ◆ 按“自动”键，按“开始”键，仪器即开始进行自动分析，待仪器滴定结束后，记下滴定管读数  $V_1$ ， $V_1 - V_0$  即是滴定结果。

### 2.2.5 滴定分析示例（仅供参考，溶液配制不作为标准推荐使用）

用“亚硝酸钠”滴定“对氨基苯磺酸”的分析示例；

◆ 电极预处理：

260 型电极在含少量  $FeCl_3$  的  $HNO_3$  溶液中煮沸半小时进行活化。

◆ 溶液配制：

0.1mol/L  $NaNO_2$  溶液的配制：取 7.200g 亚硝酸钠 0.10g 氢氧化钠和 0.20g 无水碳酸钠溶于 1000mL 蒸馏水中，摇匀。

对氨基苯磺酸的配制：将对氨基苯磺酸（基准试剂）在  $120^\circ C$  下干燥 2 小时，并在干燥器内冷却至室温。用万分之一天平称取 8.400g，加

100mL 蒸馏水及 10mL 浓氨水，溶解后移入 250mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至 250mL。

◆ 容量分析

用 5mL 移液管移取 5mL 配制好的对氨基苯磺酸液，放入 100mL 烧杯中，用量筒加入 20mL 盐酸（1+2）和 25mL 蒸馏水。仪器“灵敏度”调至 0.001uA，“终点”调至 50，“极化电压”调至 50。在滴定管内加入 0.1mol/LNaNO<sub>2</sub> 滴液。记录滴定管读数 X<sub>0</sub>。按“开始”键，仪器自动进行分析，结束后，记录滴定管读数 X<sub>1</sub>。

滴定消耗的体积 V<sub>1</sub> 为：X<sub>1</sub>-X<sub>0</sub>。

## 2.2.6 关闭 ZDY-500 型自动永停滴定仪

用户使用完毕，按仪器的“开/关”键关闭仪器。测试完样品后，所用电极应浸放在蒸馏水中。如果仪器长期不用，请注意：

1. 断开仪器和搅拌器的电源！
2. 仪器的插座必须保持清洁、干燥，切忌与酸、碱、盐溶液接触。

## 3. 仪器维护和保养

### 3.1 仪器维护和保养

1. 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，以确保仪器的性能。
2. 开机前，须检查电源是否接妥，应保证仪器良好接地。

### 3.2 故障排除

1. 滴定开始后无滴液滴下，而电磁阀插头连接无误，这时可以调节电磁阀上的支头螺丝，并调节至适当流量。
2. 电磁阀关闭时，仍有滴液滴下，可重新调节电磁阀上支头螺丝，如仍不能排除故障，则说明橡皮管道久用变形、弹性变差或橡皮管道安装位置不合适（橡皮管道可能从压板上脱落）。这时可以按照第 2.1.5 节，拆开电磁阀，重新安装或更换橡皮管，更换前，橡皮管道最好放在略带碱性的溶液中蒸煮数小时以上。
3. 仪器过早进入慢滴状态，则再按一下“滴定开始”按钮。

### 3.3 260 型电极预处理

在含少量  $\text{FeCl}_3$  的  $\text{HNO}_3$  溶液中煮沸半小时进行活化。

## 4 ZDY-500 型自动永停滴定仪的附件信息

型号	名称	描述
ZDY-500	自动永停滴定仪	标配
260	电导电极(光亮)	标配, 1 支
JB-10	搅拌器	标配, 1 支
	电磁阀部件	1 件
	9VDC, 500mA 直流稳压电源	标配 1 只