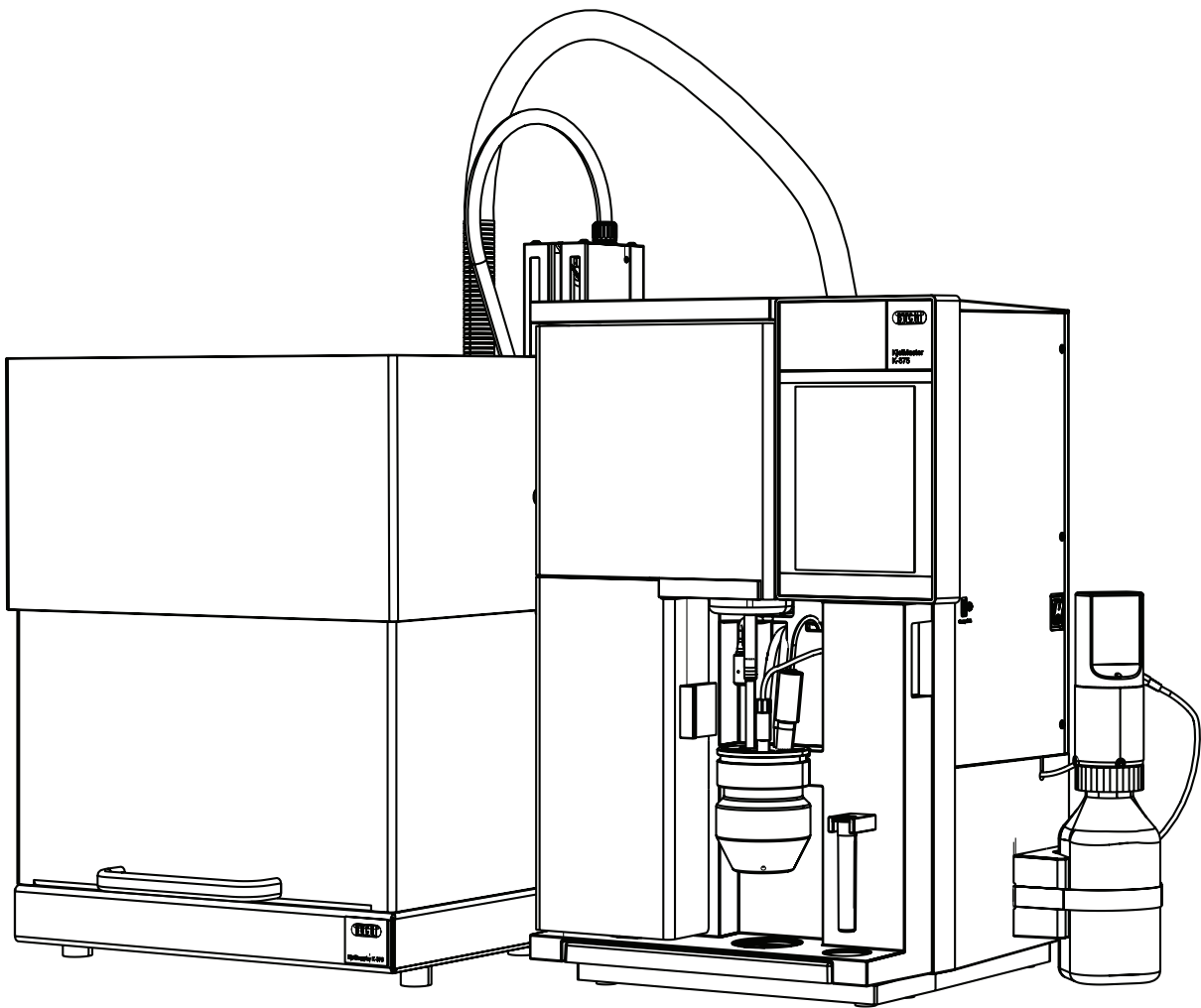




**KjelMaster K-375 (全自动凯式定氮仪) 以及
KjelSampler K-376 / K-377 (自动进样器)**
操作手册



11593519G zh



文件历史

| 索引 | 日期 | 作者 | 更改 |
|----|------------|-----------|-----------------|
| A | 2012年5月25日 | NAGG | 最初版本 |
| B | 2013年7月16日 | NAGG | 第一次修订版 |
| C | 2015年5月5日 | HILS/BRUS | 第二次修订版（更新比色法滴定） |
| D | 2015年4月29日 | HILS | 删除的符合性声明 |
| E | - | - | - |
| F | 2023年4月25日 | SALN | 更新技术数据 |
| G | 2024年4月17日 | SALN | 更新技术数据 |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

Imprint

Product Identification:

Operation Manual (Original), KjellMaster K-375 with KjellSampler K-376 / K-377

11593519G zh

Publication date: 05.2024

BÜCHI Labortechnik AG

Meierseggrasse 40

Postfach

CH-9230 Flawil 1

E-Mail: quality@buchi.com

BUCHI reserves the right to make changes to the manual as deemed necessary in the light of experience; especially in respect to structure, illustrations and technical detail.

This manual is copyright. Information from it may not be reproduced, distributed, or used for competitive purposes, nor made available to third parties. The manufacture of any component with the aid of this manual without prior written agreement is also prohibited.

目录

| | | |
|------------|--|-----------|
| 1 | 关于本手册 | 7 |
| 1.1 | 商标 | 7 |
| 1.2 | 缩写 | 7 |
| 2 | 安全 | 9 |
| 2.1 | 用户资质 | 9 |
| 2.2 | 正确使用 | 9 |
| 2.3 | 不当使用 | 9 |
| 2.4 | 本手册中使用的安全警告和安全符号 | 10 |
| 2.5 | 产品安全 | 12 |
| 2.5.1 | 一般危害 | 12 |
| 2.5.2 | 仪器相关危害 | 12 |
| 2.5.3 | 其它危害 | 13 |
| 2.5.4 | 个人防护设备 | 13 |
| 2.5.5 | 内置安全元件和措施 | 14 |
| 2.6 | 一般安全规定 | 14 |
| 3 | 技术参数 | 15 |
| 3.1 | 交货范围 | 15 |
| 3.1.1 | 基本仪器 | 15 |
| 3.1.2 | K-375 的标准配件 | 18 |
| 3.1.3 | K-376 的标准配件 | 20 |
| 3.1.4 | K-377 操作手册 | 21 |
| 3.1.5 | K-375 的可选配件 | 22 |
| 3.1.6 | K-376 / K-377 的可选配件 | 24 |
| 3.2 | 技术参数总览 | 25 |
| 3.2.1 | KjelMaster K-375 和 KjelSampler K-376 / K-377 的技术参数 | 25 |
| 3.2.2 | 滴定仪技术参数 | 25 |
| 3.3 | 测定参数 | 26 |
| 3.4 | 铭牌信息 | 27 |
| 3.5 | 参考物质 | 28 |
| 3.5.1 | 滴定仪模块和配液装置 | 28 |
| 3.5.2 | K-375 材料组成 | 28 |
| 3.5.3 | K-376 / K-377 材料组成 | 28 |
| 4 | 功能描述 | 29 |

在安装和运行系统之前，请仔细阅读本手册，尤其要注意第 2 章中的安全预防措施。请将手册放在仪器附近，以便随时取阅。

未经 BUCHI 书面许可，不得对设备进行技术改造。擅自改造可能会影响系统安全或引发事故。

本手册受版权保护。不得复制、传播或使用本手册中的信息用于竞争目的，也不得提供给第三方。

未经事先书面许可，不得借助本手册制造任何部件。

如需本手册的其它语言版本，可登录 www.buchi.com 下载。

| | | |
|--------|-------------------------------------|----|
| 4.1 | 仪器总览 | 29 |
| 4.1.1 | 打开检修门 | 30 |
| 4.2 | K-375 进样器系统 (带 K-376 或 K-377) 的功能原理 | 31 |
| 4.3 | 待机功能 | 33 |
| 4.4 | 系统准备 | 33 |
| 4.4.1 | 预热 | 33 |
| 4.4.2 | 预运行 | 33 |
| 4.4.3 | 清洗 | 33 |
| 4.4.4 | 排空 | 33 |
| 4.5 | 蒸馏和滴定 | 34 |
| 4.5.1 | 蒸馏和滴定选项 | 34 |
| 4.5.2 | 蒸馏模式 | 34 |
| 4.5.3 | 滴定类型 | 34 |
| 4.5.4 | 传感器类型 | 34 |
| 4.5.5 | 滴定模式 | 34 |
| 4.5.6 | 测量模式 | 35 |
| 4.5.7 | 滴定算法 | 35 |
| 4.5.8 | 测定模式 | 35 |
| 4.6 | 不同方法 | 35 |
| 4.7 | 空白 | 36 |
| 4.7.1 | 空白 | 36 |
| 4.7.2 | 控制空白 | 36 |
| 4.8 | 参考物质 | 36 |
| 4.9 | 比色滴定指示剂 | 37 |
| 4.10 | 结果组 | 37 |
| 4.11 | 碱直接蒸馏说明 | 37 |
| 5 | 投入操作 | 39 |
| 5.1 | 安装场地 | 39 |
| 5.2 | 电气连接 | 40 |
| 5.2.1 | K-375 的连接 | 40 |
| 5.2.2 | K-376 / K-377 的连接 | 41 |
| 5.3 | 输送连接 K-376 (K-377) - K-375 | 42 |
| 5.3.1 | 连接 K-376 与 K-375 | 42 |
| 5.3.2 | 连接 K-377 的传输软管 | 44 |
| 5.4 | 试剂/水及废液连接 | 45 |
| 5.5 | 滴定剂滴定管装置 | 47 |
| 5.8 | 液位传感器 | 50 |
| 5.9 | 滴定传感器的安装 | 52 |
| 5.9.1 | 电位传感器 | 52 |
| 5.9.2 | 比色传感器 | 52 |
| 5.10 | 外围设备的连接 | 53 |
| 5.10.1 | 连接打印机 | 53 |
| 5.10.2 | 连接网线 | 53 |
| 5.10.3 | 连接 KjelSampler K-376 或 K-377 | 53 |
| 5.10.4 | 连接天平 | 53 |
| 5.10.5 | 连接条形码读取器 | 53 |
| 5.10.6 | 反滴定用外部配液装置 | 53 |
| 5.10.7 | 电极连接 | 54 |
| 5.11 | 系统准备 | 54 |
| 5.11.1 | 软件准备 | 54 |

| | | |
|---|--|-----------|
| | 5.11.2 硬件准备 | 55 |
| 6 | 操作 | 57 |
| | 6.1 工作原理 | 57 |
| | 6.2 主页屏幕 | 57 |
| | 6.2.1 标题栏 | 59 |
| | 6.2.2 底栏 | 59 |
| | 6.2.3 系统状态图标 | 60 |
| | 6.3 用户概念 | 60 |
| | 6.5 状态视图 | 62 |
| | 6.5.1 结果显示 | 63 |
| | 6.5.2 图表显示 | 64 |
| | 6.5.3 信息显示 | 64 |
| | 6.6 测定 | 65 |
| | 6.6.1 系统准备 | 66 |
| | 6.6.2 单个样品 | 69 |
| | 6.6.3 样品列表 | 71 |
| | 6.6.4 | 序 |
| | 列 75 | |
| | 6.7 结果 | 82 |
| | 6.7.1 结果组 | 82 |
| | 6.7.2 最近结果 | 85 |
| | 6.7.3 空白校正 | 86 |
| | 6.8 测定参数 | 90 |
| | 6.8.1 方法 | 90 |
| | 6.8.2 滴定溶液 | 98 |
| | 6.8.3 参考物质 | 99 |
| | 6.9 设备 | 100 |
| | 6.9.1 设置 | 101 |
| | 6.9.2 实用工具 | 108 |
| | 6.9.3 诊断 | 109 |
| | 6.9.4 退出 | 110 |
| 7 | 维护 | 111 |
| | 7.1 日常维护 | 112 |
| | 7.1.1 样品测定前 (电位滴定) | 112 |
| | 7.1.2 样品测定前 (比色滴定) | 112 |
| | 7.1.3 样品测定后 | 112 |
| | 7.1.4 pH 电极 / pH 校准 | 113 |
| | 7.1.5 在测定完样品架最后的样品后, 将硼酸加入接收容器中 (仅限电位滴定) | 114 |
| | 7.1.6 样品管清洗 | 114 |
| | 7.2 每周维护 | 115 |
| | 7.2.1 清理外壳 | 115 |
| | 7.2.2 清理滴定仪 | 115 |
| | 7.2.3 清理配液装置的玻璃部件 | 115 |
| | 7.2.4 清洗进样器滴管 KjelSampler | 115 |
| | 7.2.5 仪器监控 | 116 |
| | 7.2.6 清洗比色传感器和保护网 | 116 |
| | 7.3 月度维护 | 117 |
| | 7.3.1 泵校正 | 117 |
| | 7.3.2 检查馏出量 | 118 |
| | 7.3.3 检查滴定管 | 118 |

| | | |
|-------|--|-----|
| 7.3.4 | 检查滴定仪 | 119 |
| 7.3.5 | 检查样品管 | 119 |
| 7.4.1 | K-375 样品管和防喷溅保护器之间的密封 | 120 |
| 7.4.2 | K-376 / K-377 滴管和密封盖 | 121 |
| 7.4.3 | 更换防喷溅保护器 | 122 |
| 7.5 | 年度维护 | 124 |
| 7.5.1 | 更换磨损的零件 | 124 |
| 7.5.2 | 蒸汽发生器的脱钙 | 124 |
| 7.5.3 | 更换氢氧化钠泵 | 125 |
| 7.5.4 | 更换波形弹簧 | 126 |
| 7.6 | 每两年更换 | 127 |
| 7.6.1 | 更换输送连接件 | 127 |
| 7.7 | 维护工作 (需要的话) | 127 |
| 7.7.1 | 更换滴定管尖嘴 | 127 |
| 7.7.2 | 清洗 pH 电极 | 128 |
| 7.7.3 | 更换滴定管 | 129 |
| 7.7.4 | 清洗防喷溅保护器和橡胶密封件 | 129 |
| 7.7.5 | 玻璃零件 | 129 |
| 7.7.6 | 配液装置故障检测 | 129 |
| 7.7.7 | 调整样品管支架 | 129 |
| 7.8 | 客户服务 | 130 |
| 8 | 故障检测 | 131 |
| 8.1 | 可能出现的问题 | 131 |
| 8.2 | K-375 的显示屏上的错误消息 | 134 |
| 8.3 | 消除 KjelSampler K-376 / K-377 的故障 | 137 |
| 8.4 | 消除滴定仪的故障 | 137 |
| 9 | 停止运行 | 139 |
| 9.1 | 清空蒸汽发生器 | 139 |
| 9.2 | 清空滴定仪的滴定管 | 140 |
| 9.3 | 储存/运输 | 140 |
| 10 | 零备件 | 141 |
| 10.3 | Kjeldahl 进样器系统 K-375 / K-376 软管连接图 | 144 |
| 11 | 声明和要求 | 145 |
| 11.1 | FCC 要求 (适用于美国和加拿大) | 145 |

1 关于本手册

本手册对 K-375 / K-376 / K-377 凯氏进样器系统进行了说明，并提供了全部所需信息以保证其能安全运行并处于良好工作状态。

专供实验室人员使用。

提示

第 2 章中对安全相关符号（危险、小心及警告）进行了说明。

1.1 商标

DURAN® 是 SCHOTT AG 的注册商标。

Nylflex® 是 Pedex & Co. GmbH 的注册商标。

1.2 缩写

CSM: 短切毡

ETFE: 聚四氟乙烯

FEP: 氟化乙丙烯

KCl: 氯化钾

PCTFE: 聚三氟氯乙烯

PMMA: 聚甲基丙烯酸甲酯

POM: 聚甲醛

PP: 聚丙烯

PTFE: 聚四氟乙烯

PUR: 聚氨酯

UV: 紫外光

EPDM: 三元乙丙橡胶

PVDF: 聚偏氟乙烯

PA: 聚酰胺

2 安全

本章提出了仪器的安全理念，并包含一些一般规定以及关于产品使用方面的危险警告。仅在严格遵守这些安全说明以及各章中安全相关警告的前提下，使用者及人员的安全才能得到保障。因此，执行手册中所述任务的人员必须人手一本手册。

2.1 用户资质

仪器仅能由实验室人员及其他受过培训或具有专业经验的人员使用。这些人对操作仪器时可能产生的危险有一定的了解。



未接受过培训的人员或正在接受培训的人员需要接受细心指导。本操作手册可作为培训的基本资料。

2.2 正确使用

仪器针对实验室设计并建造。其用于根据凯氏法进行氮测定。KjelMaster K-375 作为独立仪器还可用于蒸汽挥发性物质的蒸馏。

2.3 不当使用

以上未提及的应用均为不当使用。另外，不符合技术数据要求的应用也视为不正确使用。

| | |
|---|--|
|  |  危险 |
| | <p>如果使用不当，仪器保护系统的有效性将受到影响。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 避免任何不正确使用仪器的行为! |

操作员须自行承担不当使用而导致的危险。




明令禁止下列使用：

- 在要求使用防爆仪器的房间中使用该仪器。
- 处理冲击、摩擦、加热或火花形成时可能发生爆炸或燃烧（例如：爆炸物等）的样品。


2.4 本手册中使用的安全警告和安全符号

危险、警告、小心和注意是标准警示词语，用于标识可导致人身伤害和财产损失的危险严重性等级。所有与人身伤害相关的警示词语都附有通用安全标志。

为了您的安全，请务必阅读并完全理解下表中各警示词语及其定义！

| 标志 | 警示词语 | 定义 | 风险等级 |
|---|------|-------------------------------|------------------|
|  | 危险 | 指示如若不避免将导致死亡或重伤的危险情况。 | ★★★★ |
|  | 警告 | 指示如若不避免可能导致死亡或重伤的危险情况。 | ★★★☆☆ |
|  | 小心 | 指示如若不避免可能导致轻度或中度受伤的危险情况。 | ★★☆☆☆ |
| 无 | 注意 | 指示可能导致财产损失，但实际情况中未曾出现人身伤害的情况。 | ★☆☆☆☆ (仅财产损失) |

警示词语和补充文本左侧的矩形框中可能添有补充安全信息符号（参见下例）。

| |  警示词语 |
|---------------|---|
| 附加安全信息符号所用空间。 | 补充文本，说明危害/风险严重性的种类和程度。 · 避免发生此处所述危险或危险情况的预防措施列表。 · ... · ... |

补充安全信息符号表

以下参考列表中包含本手册中使用的所有安全信息符号及其含义。

| 符号 | 含义 |
|---|------|
|  | 一般警告 |
|  | 电气危险 |
|  | 生物危险 |
|  | 热表面 |

| 符号 | 含义 |
|---|-------------|
|  | 重量较大，避免用力过度 |
|  | 腐蚀性化学烧伤 |
|  | 夹点。机械危险。 |
|  | 易碎部件 |
|  | 爆炸性气体、爆炸性环境 |
|  | 设备损坏 |
|  | 穿戴实验室防护服 |
|  | 佩戴护目镜 |
|  | 佩戴防护手套 |

附加用户信息

以“提示”开头的段落提供设备/软件或其组件操作的帮助信息。“提示”内容与危险或损失无关(参见下例)。

提示

快捷操作仪器 / 软件的有用技巧。

2.5 产品安全

设备根据当前最为先进的技术设计制造。但设备操作粗心或使用不当仍会使用户、财产和环境承受风险。制造商已确定仪器在下列情况下的残余危险：




- 由未经充足培训的人员操作仪器。
- 仪器未按照正确用途进行操作。

本手册中相应的警告提示用于提醒用户注意这些残余危险。




2.5.1 一般危害

以下安全消息显示的是在搬运仪器时可能出现的一般危害情况。用户应当遵守列出的所有应对措施，以达到和保持最低危害水平。

当本手册中所述的操作和情况会导致危害处境时，将提供附加警告信息。

| | |
|---|--|
|  | <p>! 危险</p> <p>在爆炸性环境中使用可导致死亡或重伤。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 不要在爆炸性环境中存储或操作仪器。 · 去除所有易燃性蒸气源。 · 不要在设备附近存储化学品。 |
|  | <p>! 小心</p> <p>锋利边缘有造成轻微或中度割伤的风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 请勿空手触碰已损坏或已破裂的玻璃器皿。 · 请勿触碰薄金属边。 |
|  | <p>! 注意</p> <p>仪器存在因液体或机械冲击而损伤的风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 不要将液体溅到仪器或其组件上。 · 不要让仪器或其组件掉落。 · 保持外部振动源远离仪器。 |

2.5.2 仪器相关危害

| | |
|---|--|
|  | <p>! 小心</p> <p>人身伤害风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 请勿用具有尖头或锐利的物体触碰屏幕表面！否则，屏幕可能受损并开裂。 |
|  | <p>! 小心</p> <p>高温表面灼伤风险。表面温度超过 60 °C。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 请勿触碰仪器的高温表面。 |
|  | <p>! 小心</p> <p>在夹点处存在受伤危险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 为了避免手部和手指受伤，在采样臂移动时，K-376 和 K-377 KjelSamplers 可能无法操作。 |

| | |
|--|--|
|  | <p>! 小心</p> <p>热蒸汽灼伤风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 系统采用热蒸汽进行工作。请避免接触热蒸汽。 |
|     | <p>! 危险</p> <p>存在腐蚀性化学烧伤危险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 应始终穿戴实验室外套、防护手套及防护眼镜。 |
|  | <p>! 危险</p> <p>存在腐蚀性化学烧伤危险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 在操作过程中，样品管含有强酸或强碱。如果样品管破裂，管中的物质会集中在外壳底部上的承滴盘中。在清空承滴盘时，应穿戴实验室外套、防护手套和防护眼镜。 |




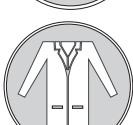
2.5.3 其它危害

以下是一些主要危险因素：

- 酸/碱液
- 仪器附近的可燃气体或溶剂气体
- 受损的玻璃部件
- 仪器与墙壁之间的距离过小（参见第 5.1 节，安装场所）
- 接触高温玻璃部件所造成的灼伤
- 接触废物出口处蒸汽所造成的灼伤
- 传送管损坏：蒸汽及/或硫酸逸出

2.5.4 个人防护设备

应始终佩戴如护目镜、防护服和防护手套等个人防护设备。个人防护设备必须满足所用化学品所有数据表的所有要求。这些指导说明均为 K-375、K-376 及 K-377 的重要组成部分，必须置于设备使用处，便于操作人员随时查阅。该规定同样适用于说明书的其它语言版本（需另购）。

| | |
|--|---|
|     | <p>警告</p> <p>可导致严重腐蚀性化学烧伤。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 遵照所用化学品的全部数据表。 · 只能在通风环境中处理腐蚀品。 · 必须始终佩戴护目镜。 · 必须始终佩戴防护手套。 · 必须始终穿戴防护服。 · 不得使用损坏的玻璃器皿。 |
|--|---|

2.5.5 内置安全元件和措施

KjelMaster K-375 已对防护门进行了监控（防止在门开启的情况下启动蒸馏程序）。当门被打开时，正在进行的蒸馏操作会立即中断。试剂的配量也会立即中止。

K-376 / K-377 样品更换器已对防护罩进行了监控。避免防护罩打开时运行样品更换器的情况。对于 K-377 而言，当前未使用的托盘罩可打开。

K-375:

- 防护门：防止用户在防喷溅保护器（蒸馏区）处受到灼伤（防喷溅保护器在蒸馏期间温度较高）的安全设施。
- 防护门传感器：在防护门打开的情况下防止启动蒸馏操作；一旦蒸馏期间防护门被打开，蒸馏会立即中止。
- 样品管传感器：在未插入样品管的情况下，防止启动蒸馏。
- 检修门传感器/开关：当检修门被打开时，会立即断开供电，以防在维护过程中出现触电。

K-376:

- 防护罩（含传感器/开关）：一旦防护屏被打开，即会触发警报声并中止臂的任何运动。

K-377:

- 防护罩（含传感器/开关）：一旦正在使用的托盘罩被打开，即会触发警报声并中止臂的任何运动。（未运行的相应托盘罩仍可在无任何限制的情况下打开。）

2.6 一般安全规定

操作员的职责

实验室负责人应负责培训员工。

如果在设备或其附件操作期间发生任何安全相关的事故，操作员应立即通知制造商。必须严格遵守设备或其附件相关的法律法规，例如，联邦、州和当地法律。

维护和保养责任

操作员应负责确保仪器良好的工作状况，并定期由授权人员执行维护、检修和维修工作。

要使用的零备件

维护只能使用原装消耗品和原装零备件，以确保系统优良的性能、可靠性和安全性。只有在事先得到制造商书面许可之后，才允许改造所使用的零备件或组件。

改造

仅先经咨询以及生产商的书面批准，才允许对仪器进行改动。改造和升级只能由授权的 BUCHI 技术工程师执行。对于擅自改造所导致的索赔请求，制造商概不负责。

3 技术参数

本章将为读者介绍仪器规格。包括交货范围、技术参数、要求和性能数据。

3.1 交货范围

3.1.1 基本仪器

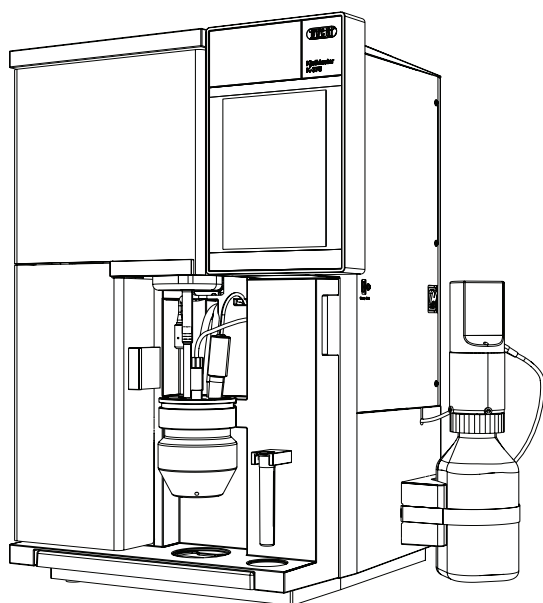


表 3-1 : KjelMaster K-375

| 产品 | 订货号 |
|--|-----------|
| KjelMaster K-375 带玻璃防喷溅保护器和 电位传感器 (220 – 240 V, 50/60 Hz) | 113751700 |
| KjelMaster K-375 带玻璃防喷溅保护器和 比色传感器 (220 – 240 V, 50/60 Hz) | 113752700 |
| KjelMaster K-375 带塑料防喷溅保护器和 电位传感器 (220 – 240 V, 50/60 Hz) | 113753700 |
| KjelMaster K-375 带塑料防喷溅保护器和 比色传感器 (220 – 240 V, 50/60 Hz) | 113754700 |

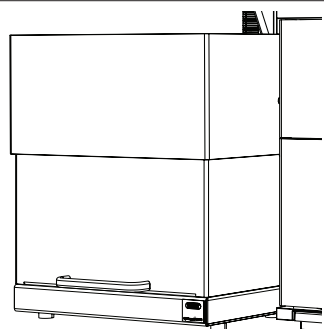


表 3-2 : KjelSampler K-376

| 产品 | 订货号 |
|---|-----------|
| KjelSampler K-376 带一个托盘 (100 – 240 V, 50/60 Hz) | 113750710 |

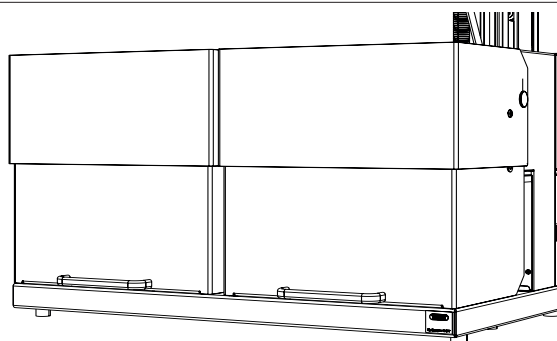
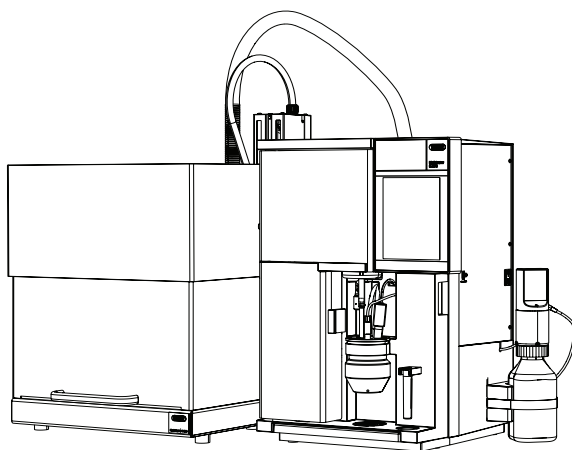


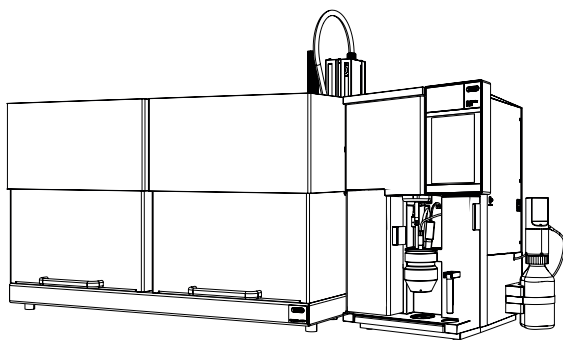
表 3-3 : KjelSampler K-377

| 产品 | 订货号 |
|---|-----------|
| KjelSampler K-377 带两个托盘 (100 – 240 V, 50/60 Hz) | 113750720 |



**表 3-4 : KjelMaster/进样器系统
K-375 / K-376**

| 产品 | 订货号 |
|--|-----------|
| KjelMaster 进样器系统 K-375 / K-376 | 113751710 |
| K-375, 带玻璃防喷溅保护器和 电位传感器 | |
| K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz | |
| K-376/K-377 : | |
| 100 – 240 V, 50/60 Hz | |
| KjelMaster 进样器系统 K-375 / K-376 | 113752710 |
| K-375, 带玻璃防喷溅保护器和 比色传感器 | |
| K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz | |
| K-376/K-377 : | |
| 100 – 240 V, 50/60 Hz | |
| KjelMaster 进样器系统 K-375 / K-376 | 113753710 |
| K-375, 带塑料防喷溅保护器和 电位传感器 | |
| K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz | |
| K-376 / K-377 : 100 – 240 V, 50/60 Hz | |
| KjelMaster 进样器系统 K-375 / K-376 | 113754710 |
| K-375, 带塑料防喷溅保护器和 比色传感器 | |
| K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz | |
| K-376 / K-377 : | |
| 100 – 240 V, 50/60 Hz | |



**表 3-5 : KjeldMaster/进样器系统
K-375 / K-377**

| 产品 | 订货号 |
|---|-----------|
| KjeldMaster 进样器系统 K-375 / K-377 K-375, 带玻璃防喷溅保护器和 电位传感器 K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz K-376 / K-377 : 100 – 240 V, 50/60 Hz | 113751720 |
| KjeldMaster 进样器系统 K-375 / K-377 K-375, 带玻璃防喷溅保护器和 比色传感器 K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz K-376 / K-377 : 100 – 240 V, 50/60 Hz | 113752720 |
| KjeldMaster 进样器系统 K-375 / K-377 K-375, 带塑料防喷溅保护器和 电位传感器 K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz K-376 / K-377 : 100 – 240 V, 50/60 Hz | 113753720 |
| KjeldMaster 进样器系统 K-375 / K-377 K-375, 带塑料防喷溅保护器和 比色传感器 K-375 : 220 – 240 V, 50/60 Hz K-376 / K-377 : 100 – 240 V, 50/60 Hz | 113754720 |

3.1.2 K-375 的标准配件

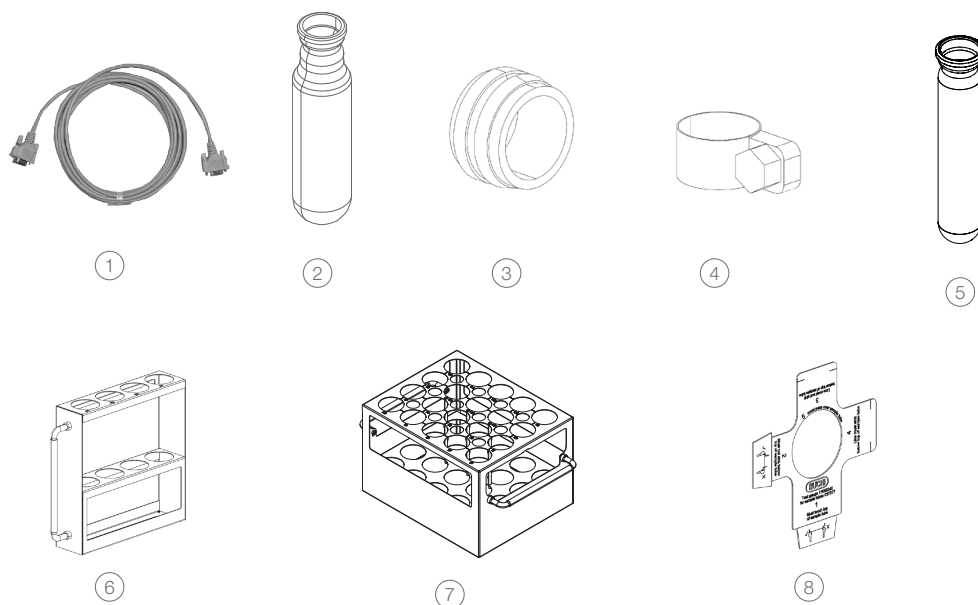
| 产品 | 订货号 | 插图 |
|--|----------|----|
| 样品管 (300 mL) | — | ① |
| 样品管夹 | 00002004 | ② |
| RJ45 连接电缆 (2 m 长) | 00044989 | |
| 以下类型电源线 | | |
| CH 型 | 00010010 | |
| Schuko 型/日本 | 00010016 | |
| 国标型 | 00017835 | |
| 澳大利亚型 | 00017836 | |
| 美国型 | 00033763 | |
| pH 电极 或 (根据采购订单) | 11056842 | ③ |
| 比色传感器 | 11057410 | ④ |
| 比色传感器保护网 (如果出货的是带比色传感器的仪器型号) | 11061562 | |
| 指示剂 (符合 Sher), 100 mL (如果出货的是带比色传感器的仪器型号) | 00003512 | ⑥ |
| 缓冲液套装 pH 4 和 pH 7 (每套 3 x 20 mL) (如果出货的是带比色传感器的仪器型号) | 00043188 | |
| KCl 电解液, 饱和, 250 mL (如果出货的是带比色传感器的仪表型号) | 11059759 | ⑦ |
| 连接环 | 00049151 | ⑧ |
| 直线软管接头 11-13 废液桶 | 00043178 | |
| 化学试剂软管, Nyflex, 长 6 米, Ø 5/10 mm | 00043185 | |
| 接至试剂桶的吸管, FEP, 长 580 mm | 00043407 | |
| 废液排放软管, EPDM, L = 1.8 m, ø 11/18 mm | 00043457 | |
| 夹具 D15.6 | 00049167 | |
| 夹具 D12.8 | 00043297 | |
| 夹具 D11.9 | 00043841 | |
| 硅胶软管 ø 8 mm/12 x 1.8 m | 11058157 | |
| 夹具 D12.8 | 11058358 | |
| 整根冷却水软管: G 3/4", G 1/2", L = 1.5 m | 00037780 | |
| O 型圈 190.1 x 3.53 EPDM 75 | 00049676 | ⑨ |
| O 型圈 247.2 x 3.53 EPDM | 11058241 | |
| FEP管, 1.2 m, 连接驱动电机 | 11056837 | |
| 液位传感器 | 11055914 | ⑩ |
| 实验室容器 | 00053203 | |

| 产品 | 订货号 | 插图 |
|-----------------------------------|----------|----|
| 配液装置用电机 | 11056835 | ⑪ |
| 配液装置 (20 mL) | 11056836 | ⑫ |
| 量表样品管支架 | 11059802 | ⑬ |
| 10 L 试剂桶, 无盖 | 00043410 | ⑭ |
| 10 L 试剂桶所用盖 (大) | 00025869 | ⑮ |
| 10 L 和 20 L 试剂桶所用盖 (小) | 00043477 | ⑯ |
| 试剂桶标签 | 00043434 | |
| 20 L 试剂桶, 无盖 | 00043408 | ⑰ |
| 20 L 试剂桶所用盖 (大) | 00043478 | ⑱ |
| 滴定管尖嘴距离固定器 | 00043203 | ⑲ |
| 微型转接头 | 00043108 | |
| 称量舟 (20 pcs) | 11060522 | |
| 试剂桶专用 EPDM 密封件 | 00043048 | |
| 开口扳手 | 11058252 | ⑳ |
| 工具 SVL 22 | 11057779 | ㉑ |
| CD KjelLink PC 软件光盘 (含 60 天测试许可证) | 11058664 | |



3.1.3 K-376 的标准配件

| 产品 | 订货号 | 插图 |
|------------------------------|----------|----|
| K-376 / K-377 RS232 电缆(交叉电缆) | 00043920 | ① |
| 500 mL 样品管 | 00026128 | ② |
| 夹紧环 | 00043238 | ③ |
| 软管夹 | 00022352 | ④ |
| 传送管专用紧固件 | 00043482 | |
| 样品管 (4 支), 300 mL | 00037377 | |
| 便捷架, 4 位 | 11057711 | ⑥ |
| 整架, 20 位 | 11059831 | |
| 以下类型电源线 | | |
| CH 型 | 00010010 | |
| Schuko 型/日本 | 00010016 | |
| 国标型 | 00017835 | |
| 澳大利亚型 | 00017836 | |
| 美国型 | 00033763 | |
| 样品管检验规 | 11058240 | ⑧ |

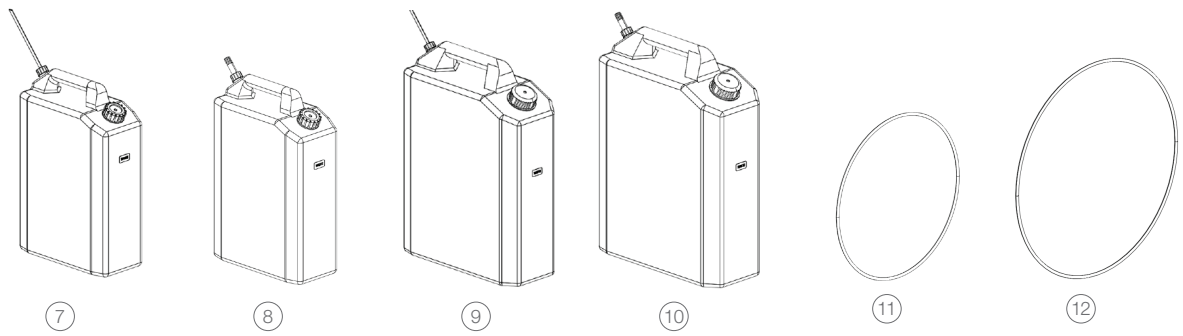
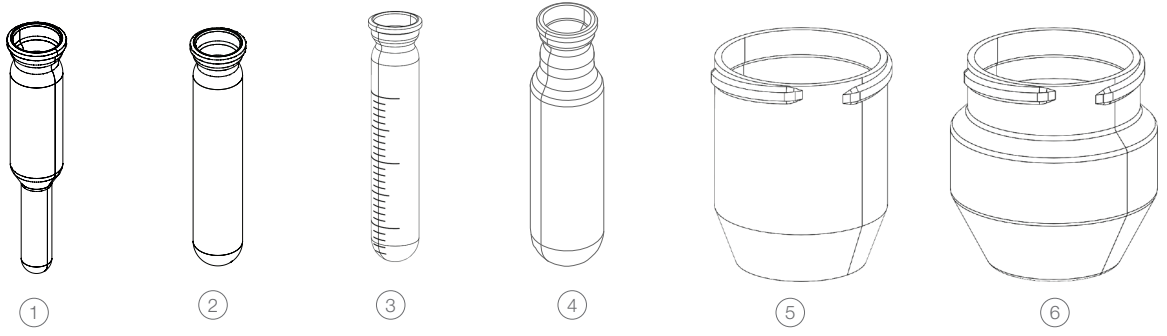


3.1.4 K-377 操作手册

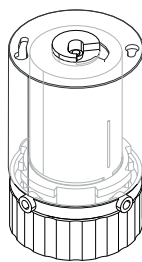
| 产品 | 订货号 |
|------------------------------------|----------|
| 英文 | 11593514 |
| 德文 | 11593515 |
| 法文 | 11593516 |
| 意大利文 | 11593517 |
| 西班牙文 | 11593518 |
| 中文 | 11593519 |
| 日文 | 11593520 |
| 俄罗斯文 | 11593653 |
| KjelMaster K-375 (全自动凯氏定氮仪) 网络连接 | 11593539 |
| KjelMaster K-375 (全自动凯氏定氮仪) - 数据导出 | 11593558 |

3.1.5 K-375 的可选配件

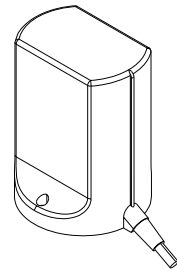
| 产品 | 订货号 | 插图 |
|------------------------------------|----------|----|
| 样品管 (4 支), 100 mL | 11057442 | ① |
| 样品管 (4 支), 300 mL | 00037377 | ② |
| 样品管 (20 支), 300 mL | 11059690 | ② |
| 带刻度 300 mL 样品管 (4支) | 00043049 | ③ |
| 样品管 (4 支), 500 mL | 00043982 | ④ |
| 样品管架 (用于 4 支样品管), 每支体积 | 00016951 | |
| 340 mL 接收容器 | 00043333 | ⑤ |
| 420 mL 接收容器 | 00043390 | ⑥ |
| 试剂桶, 无液位传感器, 包括盖 | | |
| 10 L 化学物质试剂桶 | 00043468 | ⑦ |
| 10 L 废液桶 | 00043470 | ⑧ |
| 20 L 化学物质试剂桶 | 00043469 | ⑨ |
| 20 L 废液桶 | 00043471 | ⑩ |
| O 型圈液位传感器 (10 L 试剂桶) | 00049676 | ⑪ |
| O 型圈液位传感器 (20 L 试剂桶) | 11058241 | ⑫ |
| 缓冲液 pH 4, 1000 mL | 00026321 | |
| 缓冲液 pH 7, 1000 mL | 00026322 | |
| 滴定器用温度传感器 | 11056851 | ⑬ |
| 配液装置 (用于反滴定) | 11056836 | ⑭ |
| 配液装置用电机 | 11056835 | ⑮ |
| IQ/OQ 包 K-375 (英语) | 11058677 | |
| IQ/OQ 包 K-375 / K-376 / K-377 (英语) | 11058678 | |
| 重复 OQ 包 K-375 (英语) | 11058679 | |
| 重复 OQ 包 K-375 / K-376 / K-377 (英语) | 11058680 | |
| 玻璃防喷溅保护器 | 00043332 | ⑯ |
| 塑料防喷溅保护器 | 00043590 | ⑰ |
| 防喷溅保护器 (用于 Devarda 方法) | 00043335 | ⑱ |
| 第 3 方样品管适配器套件 | 11058410 | ⑲ |



13



14



15



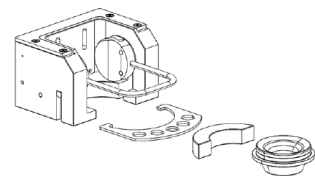
16



17



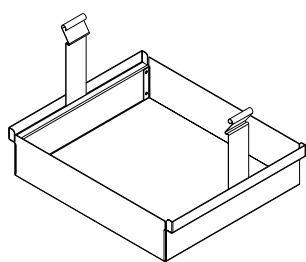
18



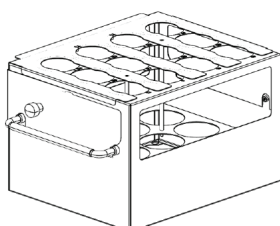
19

3.1.6 K-376 / K-377 的可选配件

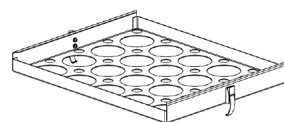
| 产品 | 订货号 | 插图 |
|-------------------------------------|----------|----|
| 样品架用支架 | 11058659 | ① |
| 12 支样品管用管架, 500 mL | 00043970 | ② |
| 固定板 (将样品管固定在架子上进行机洗) | 00038559 | ③ |
| 10 根沸腾杆, 用于消解具有沸腾减慢趋势的样品 (沸腾石的替代方案) | 00043087 | ④ |
| 用于含土/石样品的滴管 (带横向槽) | 00047845 | ⑤ |
| 用于土壤样品的样品管玻璃指 | 00048638 | ⑥ |



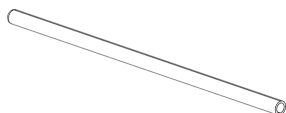
①



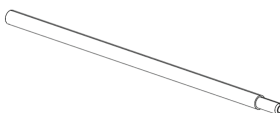
②



③



④



⑤



⑥

3.2 技术参数总览

3.2.1 KjelMaster K-375 和 KjelSampler K-376 / K-377 的技术参数

| | KjelMaster K-375 | KjelSampler K-376 | KjelSampler K-377 |
|--------------|--|---|--|
| 连接电压 | 220 – 240 VAC ±10 % | 100 – 240 VAC ± 10 % | 100 – 240 VAC ± 10 % |
| 频率 | 50/60 Hz | 50/60 Hz | 50/60 Hz |
| 功率消耗 | 最高 2.2 kW | 最高 150 W | 最高 150 W |
| 电流消耗 (230 V) | 9.5 A | 650 mA | 650 mA |
| 重量 | 32 kg | 40 kg (无样品架和样品管) | 64 kg (无样品架和样品管) |
| 尺寸 (宽x高x深) | 458 x 670 x 431 mm | 505 x 750* x 655 * 1000 mm 高度, 以便进样器臂自由活动 | 1015 x 750** x 655 ** 1250 mm 高度, 以便进样器臂自由活动 |
| 接口 | RS232 | RS232 | RS232 |
| 回收率 | >99.5 % (1 – 200 mg N) | | |
| 复现性 (RSD) | < 1 % | | |
| 测量范围 | 0.1 - 220 mg N | | |
| 环境 条件 | 仅限室内使用 | | |
| 温度 | +5 °C 至 +40 °C | | |
| 海拔高度 | 最高海拔 2000 m | | |
| 湿度 | 最大相对湿度 80 % / 温度不超过 31 °C, 线性下降到50 % 相对湿度 / 温度40 °C; 无冷凝 | | |
| 电源连接件 | 仪器插头 C14 | 仪器插头 C14 | 仪器插头 C14 |
| 过压类别 | II | II | II |
| 污染级 | 2 | 2 | 2 |
| 认证 | CE/CSA | CE/CSA | CE/CSA |

3.2.2 滴定仪技术参数

以下传感器可与滴定仪相连:

- 组合式 pH 玻璃电极
- 光学传感器, 量程为 50 至 1000 mV (最高 1200 mV)
- 电阻温度计 Pt 1000 所用温度测量传感器, 连接件: 2x4 mm 插座和 1x2 mm 插座

配液精度:

根据 DIN EN ISO 8655 第 3 部分或更高标准

典型精度: 符合ISO/DIN 8655-3 标准

测量输入：pH/mV输入，带 12 位传感器，用于滴定过程中的精确解析

连接件：电极插座 (符合 DIN 19 262) 或 BNC 插座和参考电极 1 x 4 mm 插座

| 测量范围 | 显示分辨率 | 精度*不含传感器 | 输入电阻 (Ω) |
|--------------------|-----------|----------------|---------------------|
| pH 0...14 | 0.01 | 0.05 \pm 1 位 | $> 5 \cdot 10^{12}$ |
| mV -1400 ... +1400 | 0.1 | 2 \pm 1 位 | $> 5 \cdot 10^{12}$ |
| 传感器 | 测量范围 | 显示分辨率 | 精度*不含传感器 |
| T [°C] | -30...115 | 0,1 | 0,5 K \pm 1 位 |

*精度:

以测量不确定性的形式来表示，置信度达 95%。同时还必须考虑传感器的测量不确定性。对于 pH 电极，例如： $\Delta \text{pH} = 0.012 \dots 0.03$ ，符合 DIN 19266 第 3 部分。

3.3 测定参数

样品数量及滴定剂浓度应进行优化，使滴定剂量在 3 至 17 mL 之间 (滴定管容量: 20 mL)。

| 氮绝对含量 | 氮相对含量 | 蛋白质相对含量 (蛋白因子 6.25) | 样品量 | 硼酸浓度 | 滴定剂浓度 | 滴定剂量 |
|---------|---------|---------------------|-------|------------------|---------|-------|
| 0.02 mg | 20 ppm | | 1.0 g | 2 % (+3 g KCl/L) | 0.005 N | 2 mL |
| 0.1 mg | 100 ppm | | 1.0 g | 2 % | 0.005 N | 3 mL |
| 1 mg | 0.2 % | 1 % | 0.2 g | 2 % | 0.01 N | 8 mL |
| 5 mg | 1 % | 6 % | 0.5 g | 2 % | 0.1 N | 4 mL |
| 10 mg | 1 % | 6 % | 1.0 g | 4 % | 0.1 N | 8 mL |
| 20 mg | 2 % | 13 % | 1.0 g | 4 % | 0.1 N | 14 mL |
| 50 mg | 5 % | 31 % | 0.4 g | 4 % | 0.1 N | 14 mL |
| 100 mg | 10 % | 63 % | 1.0 g | 4 % | 0.5 N | 14 mL |
| 100 mg | 20 % | | 0.5 g | 4 % | 0.5 N | 14 mL |
| 200 mg | 20 % | | 1.0 g | 4 % | 0.5 N | 28 mL |

一般建议

自配溶液的校正系数称为滴定度。

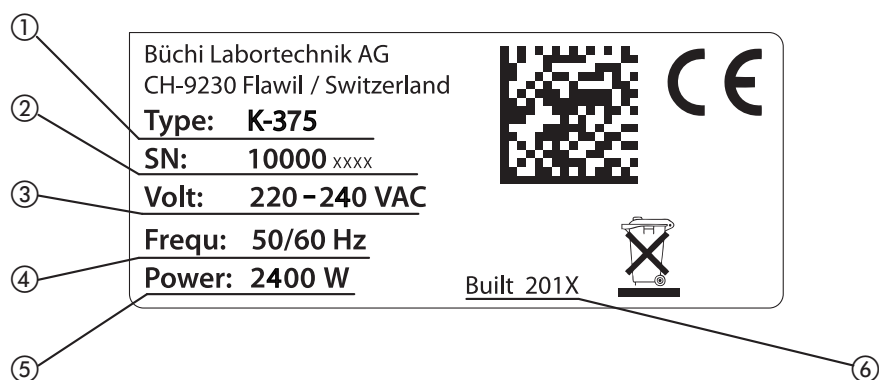
采用标准化滴定液后无需再测定滴定度。

准确的滴定剂浓度 = 浓度 \times 滴定度

滴定剂的滴定度必须已知。如未知，则必须测定。

实例：准确的滴定剂浓度 = 0.100 mol/L \times 0.998

3.4 铭牌信息



| | |
|---|-----------|
| ① | 仪器类型代码 |
| ② | 序列号 |
| ③ | 供电电压范围/类型 |
| ④ | 供电电压频率 |
| ⑤ | 标称额定功率 |
| ⑥ | 生产年份 |

3.5 参考物质

3.5.1 滴定仪模块和配液装置

| 零部件 | 材料名称 |
|-----|------|
| 外壳 | 钢片 |

提示

有关配液装置的材料，请参考配液装置随附说明书。

3.5.2 K-375 材料组成

| 零件 | 材料 | 材料代码 |
|---------|-----------|----------------|
| 外壳 | 聚氨酯 | PUR/UL VO |
| 玻璃零件 | 硼硅玻璃 3.3 | DIN/ISO 3585 |
| 隔热蒸汽发生器 | 陶瓷纤维 | Multitherm 550 |
| 蒸汽发生器外壳 | 不锈钢 | 1.4301 |
| 防护门 | 聚甲基丙烯酸甲酯 | PMMA |
| 密封圈 | 氯磺酸聚乙烯弹性体 | CSM |

3.5.3 K-376 / K-377 材料组成

| 零件 | 材料 | 材料代码 |
|-----------|-------------|----------------|
| 外壳 (安装板) | 钢片 St 12 ZE | 1.0330 |
| 外壳 (机壳下方) | 不锈钢 | 1.4301 (L 314) |
| 外壳 (顶盖) | 铝片 | AlMgSi1 |
| 引导便捷架 | PP | PP |
| 涂层 | 聚酯/环氧 | PEP 31 |
| 防护罩 | 聚甲基丙烯酸甲酯/铝 | PMMA/Alu |
| 承滴盘 | 聚丙烯 | PP |
| 外壳 y 轴 | 铝片 | AlMgSi1 |
| 端盖 y 轴 | POM | POM |
| 滴管 | 聚偏氟乙烯 | 聚偏氟乙烯 |
| 密封盖 | EPDM | EPDM |
| 直线传送软管 | PTFE | PTFE |
| 蒸汽管 | 硅/聚酯 | MQ-PU |
| 防护软管 | PP | PP |
| 软管链 | PA | PA |

4 功能描述

本章介绍了仪器的基本原理和结构，并给出了各组件的功能描述。

KjelMaster K-375 专用于凯氏和戴氏氮测定，包括电位滴定或比色滴定。

KjelSampler K-376 / K-377 可实现凯氏测定自动化。

4.1 仪器总览



- ① KjelMaster K-375
- ② KjelSampler K-376
- ③ 防护罩
- ④ 带样品管的样品架
- ⑤ 防护罩把手
- ⑥ 传输软管
- ⑦ 防喷溅保护器
- ⑧ 样品管支架

- ⑨ 样品管
- ⑩ 防护门
- ⑪ 冷凝器
- ⑫ 接收容器
- ⑬ 触摸屏
- ⑭ pH 电极或视觉传感器
- ⑮ 检修门
- ⑯ 外部滴定管

图 4.1: 仪器总览

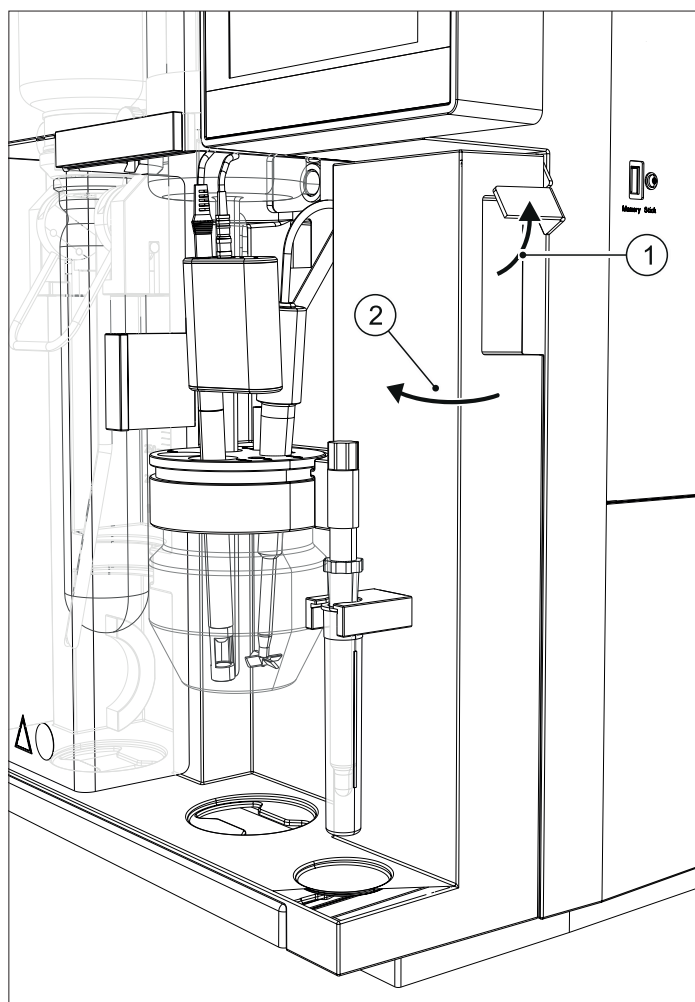
提示

每台仪器的主开关均位于外壳右后侧。

4.1.1 打开检修门

检修门使用传感器/开关进行锁定：当检修门被打开时，会立即断开供电，以防在维护过程中出现触电。

要打开检修门进行维护工作，请按以下步骤操作：



要打开检修门，

- 向上拉动门锁 ①
- 打开门 ②

图 4.2: 打开检修门

4.2 K-375 进样器系统（带 K-376 或 K-377）的功能原理

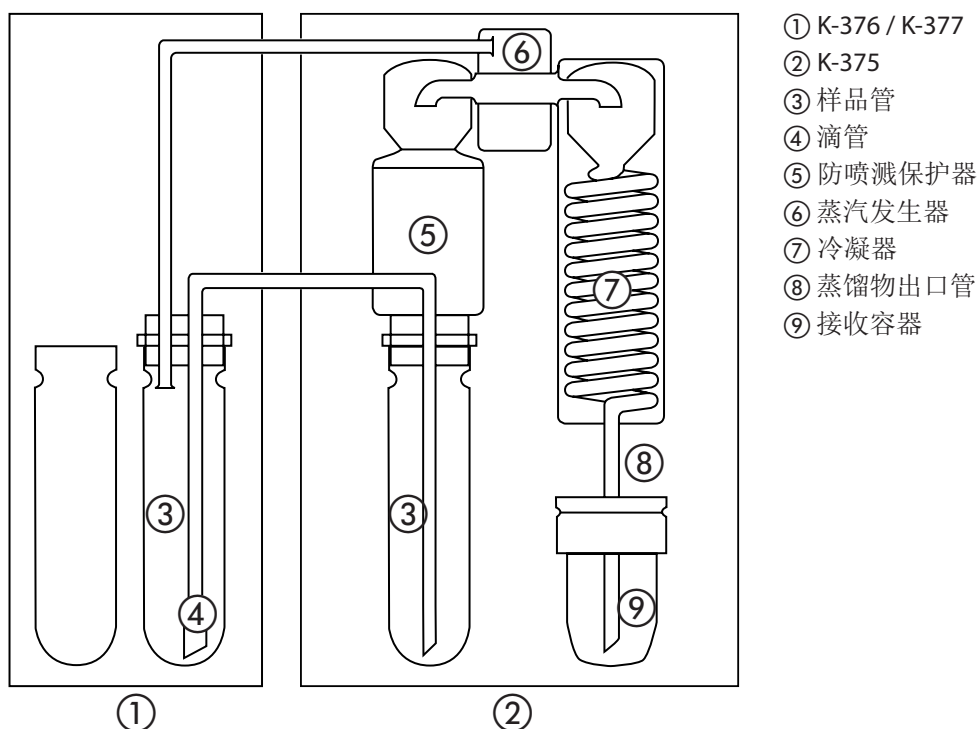


图 4.3: K-375 (带 K-376 或 K-377) 的功能原理

带滴管的进样器臂位于 K-376 / K-377 的样品管中。K-375 的蒸汽发生器可产生蒸汽。蒸汽通过蒸汽管输送至 K-376 / K-377 的样品管中。

蒸汽将样品压入滴管中，样品通过传送管输送至 K-375 的样品管中。

将水和氢氧化钠配量加入 K-375 中的样品管中。然后引入蒸汽来导出氨气。氨气蒸发至防喷溅保护器中并在冷凝器中冷凝。

将硼酸定量加入至接收容器中。在该容器中，冷凝后的氨被收集起来并最终滴定。

在整个蒸馏过程中，蒸汽通过 K-376 / K-377 的样品管被传送至 K-375 的样品管中，从而确保对样品管及传送软管进行全面的清洗。

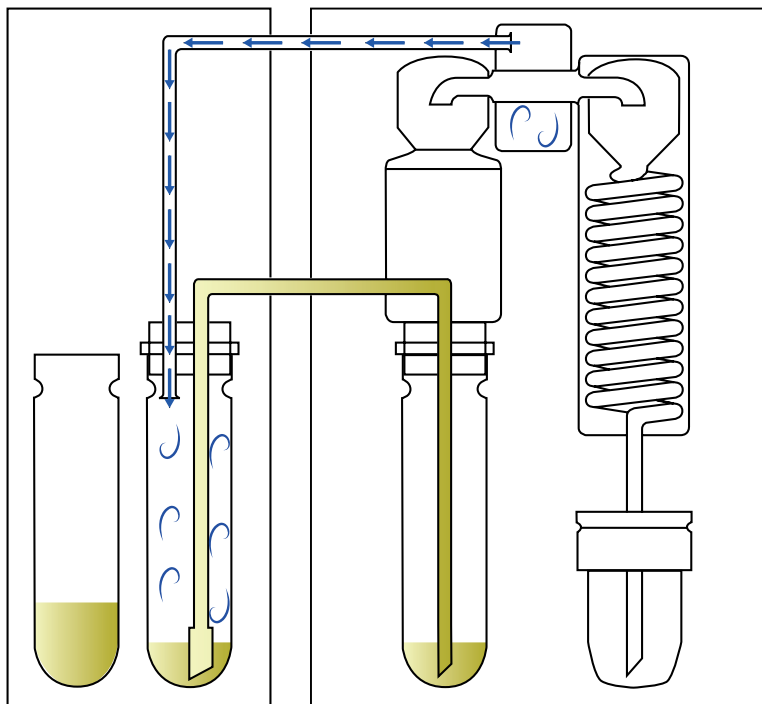


图 4.4：样品传送原理

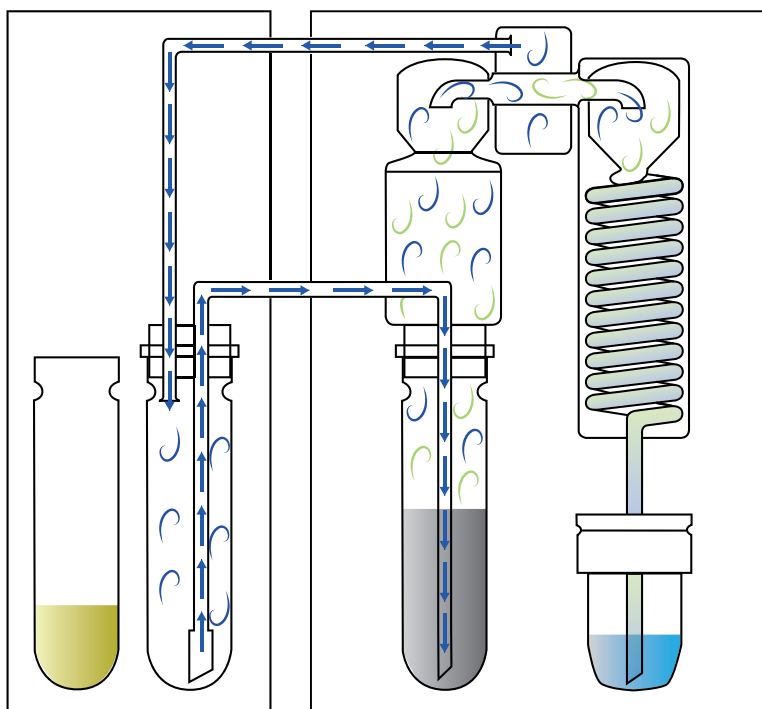


图 4.5：蒸馏过程中的蒸汽传送

4.3 待机功能



图 4.6: 状态视图

按下就绪键，开始加热蒸汽发生器。

按下待机键，停止加热蒸汽发生器。

在停止运行 30 分钟后，蒸汽发生器的加热即自动关闭。

在这种情况下，状态视图上会显示“待机”。

要启动仪器，请按下就绪键。蒸汽发生器需要 120 秒时间加热至工作温度。

4.4 系统准备

4.4.1 预热

蒸馏系统的玻璃部件必须在分析前预热。该步骤通过清洗和排空样品管完成。建议在玻璃（防喷溅保护器）冷却后进行预热。预热时间已预设，无法修改。

4.4.2 预运行

预运行用于整个系统的准备工作。该准备程序包括用一根干净的空样品管进行蒸馏和滴定。建议在开始分析前，每天至少执行一次预运行。预运行方法可作修改。

4.4.3 清洗

每天结束时，应执行清洗程序，对系统全面的冲洗。防喷溅保护器和冷凝器用水冲洗，去除残留的氢氧化钠。通过定期清洗，可延长玻璃部件的使用寿命。清洗方法已预设，但可根据样品管的尺寸进行修改和调节。

4.4.4 排空

通过该程序，可排空样品管和接收容器中的残留物。

有关更详细的信息，可参见“6.6.1 系统准备”小节。

4.5 蒸馏和滴定

4.5.1 蒸馏和滴定选项

| | 滴定类型 | | 滴定模式 | | 蒸馏模式 | | 测量模式 | | | 滴定算法 | |
|-----|------|-----|------|----|-------------|------|-------|-------|-------------|------|----|
| | 硼酸 | 反滴定 | 标准 | 在线 | IntelliDist | 固定时间 | 终点 pH | 起点 pH | Setpoint mV | 最佳 | 标准 |
| 电位型 | x | x | x | x | x | x | x | x | | x | x |
| 比色型 | x | | x | x | | x | | | x | x | x |

4.5.2 蒸馏模式

自动 — 智能蒸馏

该模式可消除冷却仪器所产生的错误。只有在达到工作温度后，设置蒸馏时间才开始倒计时。通过单个样品或样品列表测量，该模式可保证首次运行就获得精确结果。

固定时间

随着蒸馏过程的启动，设置蒸馏时间会立即开始倒计时。当分析样品架（或序列）中的样品时，建议采用这种设置。

4.5.3 滴定类型

通过 K-375 软件，内置滴定仪可完全受控。在无 KjelMaster K-375 的情况下，无法使用滴定仪。其可用于硼酸或反滴定。通过设定 K-375 中的方法，测量模式可确定作为终点或起点滴定。K-375 的软件允许在标准和在线滴定之间进行选择。可采用电位传感器或比色传感器（结合颜色指示剂）执行终点检测。

硼酸滴定

硼酸可用作接收液，以捕捉蒸汽滴定过程中的氮。随后的终点滴定采用酸滴定液来执行。此类滴定易实施，无需采用精确剂量的硼酸。

反滴定

接收液是一种标准酸，需向接收容器中分配精确体积。在收集了氨之后，过量酸用碱滴定液进行滴定 pH 7.00 时。若须避免使用硼酸，也可选择采用反滴定法。

4.5.4 传感器类型

电位型

用于 pH 测量的电位电极被普遍采用，它既可进行硼酸滴定，也可进行反滴定。其需要采用缓冲液进行定期校准，对于终点滴定而言是最具成本效益的方法。

比色型

用于比色滴定的光学传感器可检测到指示剂的颜色变化（在滴定曲线的当量点处）。必须将指示剂加入接收液中。这些传感器无需校准，具有更长的使用寿命但价格也更高。

4.5.5 滴定模式

标准

在标准模式下，蒸馏和滴定依次进行。首先完成蒸馏，然后再进行滴定。

在线

若激活该模式，尽管蒸馏仍在进行，但滴定也将同时开始。滴定的开始时间取决于 pH 值，将自动确定。在线模式仅针对电位滴定法而使用。其可节约时间，有助于优化测量速度。

4.5.6 测量模式

起点 pH

电位 pH 测量十分常用,可同时实现硼酸滴定和反滴定。其需要采用缓冲液进行定期校准。

终点 pH

比色滴定基于对等点处的颜色变化,在官方方法需要时使用。其仅可实现硼酸滴定。为获取稳健的测量值以及可重现的结果,必须安装保护网,以保护测量单元免受气泡干扰。它需要每日测定 Setpoint。

Setpoint mV (比色)

在空白或样品测量前,必须每日测定 Setpoint,否则在蒸馏时,硼酸、指示剂或滴定剂可能发生变化。检测到的 Setpoint 随即用作以下测量的终点。

4.5.7 滴定算法

标准

该算法最为精确,对于氮含量低(低于 1 mg)的样品以及使用高浓度滴定溶液(例如,0.5 N 酸)的样品,建议采用该算法。

最佳

通过该算法可获得精度与速度之间的最佳比率。

4.5.8 测定模式

标准

大多数情况下,需对样品进行消解,以使氮能够进入蒸汽蒸馏。无论何时,只要对所消解的样品进行了分析,就采用标准测定模式。

直接蒸馏

少数应用允许通过直接蒸汽蒸馏释放氮,而无需消解。在这种情况下,需启动直接蒸馏模式。

4.6 不同方法

仪器中存有 BUCHI 标准方法。所有 BUCHI 方法均为“只读”属性,但可采用不同名称进行复制和保存,用以作为可编辑的用户方法。

所有方法均按字母顺序排列。首先是用户方法,接下来是“只读”属性 BUCHI 方法(标有黄色小锁符号)。

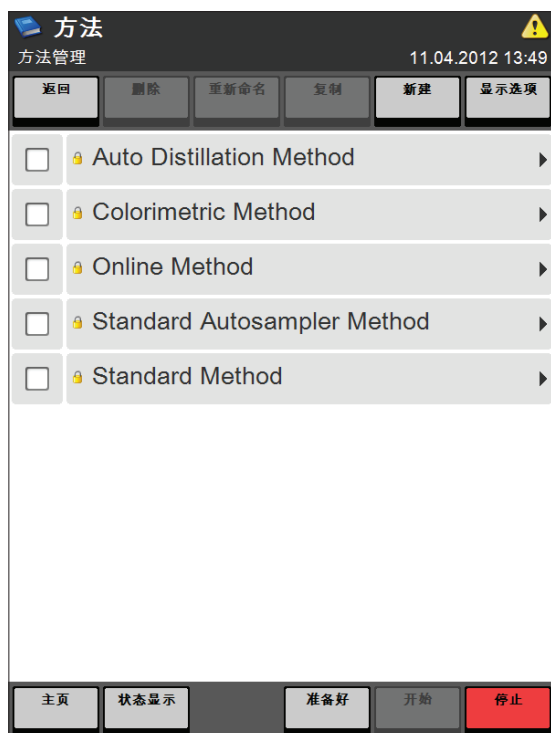


图 4.7：方法屏幕

4.7 空白

K-375 能够区分空白和控制空白。空白用于校正样品测定（样品和参考物质）时出现的微量化学品污染。

控制空白可针对交叉污染检查测定过程，并且不用于计算。

第 6 章“运行”中介绍了空白值的测定和定义。

4.7.1 空白

建议采用与随后样品同样的方法运行空白值。

空白值会有所变动，具体取决于接收液（例如，硼酸浓度、指示剂添加量、pH 值设置）、滴定溶液浓度以及化学品纯度。

在以下情况下，建议执行空白值：

- 使用新鲜化学品
- 或在开始测定前（为了检查系统）。

如激活了某个空白以用于计算，其在激活另一个空白值前始终有效。

4.7.2 控制空白

控制空白允许检查有无交叉污染，如在样品架中间，而不影响随后样品的计算。

实例：

测定

3 个空白、6 个样品，1 个控制空白、10 个样品（在一个 20 位样品架中）。

所有样品均采用空白 1-3 的平均值进行计算。控制空白允许在不中断的情况下进行系统检查。

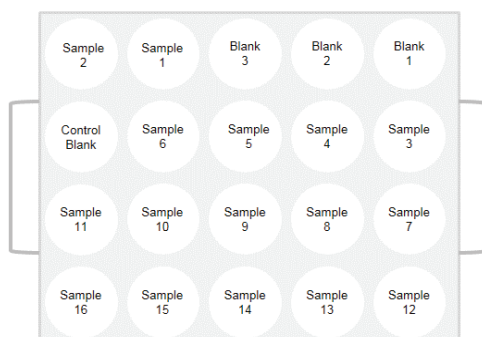


图 4.8: 含有控制空白的管架示例

4.8 参考物质

参考物质为氮含量已知的物质，用于检查系统性能及应用性能。

建议对参考物质进行定期分析。参见表 有关参考物质的介绍，请参见第 3 章“技术参数”。

K-375 检查（无消解）采用标准化铵盐（如磷酸二氢氨）来实现。

为检查整个凯氏过程（包括消解），应使用氨基酸（如甘氨酸）。

参考物质的测定与一般样品测定（样品类型：“参考物质”）类似，即按单个样品、样品列表或序列进行测定。详细说明参见“6.6 测定”小节。

| 参考物质 名字 | 纯度 | % N 理论值 (100%纯度) | 推荐样品量 | 推荐滴定浓度 | 消解需求 |
|------------|------|---------------------|-------|--------|------|
| 磷酸二氢铵 | 99.5 | 12.18 | 0.2 g | 0.2 N | No |
| 甘氨酸 | 99.7 | 18.66 | 0.2 g | 0.2 N | Yes |
| 苯丙氨酸 | 99.0 | 8.47 | 0.3 g | 0.2 N | Yes |
| 硫酸铵 | 99.5 | 21.21 | 0.1 g | 0.2 N | No |
| 色氨酸 | 99.0 | 13.72 | 0.2 g | 0.2 N | Yes |
| 乙酰苯胺 | 99.0 | 10.36 | 0.2 g | 0.2 N | Yes |

4.9 比色滴定指示剂

为了在比色滴定过程中检测终点，必须向硼酸中添加指示剂。为获得最佳性能，建议采用 Sher 混合指示剂。拐点取决于指示剂类型及所添加指示剂的量。

Sher 指示剂显示了与终点检测速度和可靠性有关的最佳性能。

在硼酸中，终点值的颜色将从绿色 (pH >7.6) 变为蓝色 (7.4 至 4.8)，最后变为灰色 (pH 4.6)。

Sher 指示剂与硼酸的最佳比率是 2.5 mL/1 L 硼酸。

4.10 结果组

样品测定的每个结果均可分配至一个组，如同一批、同一位置、在同一天等取样样品的结果，可分配至同一结果组。

在样品打印输出及数据导出方面，对同一组中的所有结果均以相同方式进行处理。

4.11 碱直接蒸馏说明

例如，牛奶样品中的蛋白质含量可通过直接蒸馏测定。这种快速方法以下述实际情况为依据：当在碱性溶液中沸腾时，牛奶会释放出氨。大部分氨均由蛋白质（含谷氨酰胺和天门冬酰胺）的快速水解产生。这种分解会在几分钟内完成。尽管数量较少，但会有一些氨通过其它氨基酸的完全转变而释放出来。不过，这种二级反应发生得十分缓慢，但不会影响快速方法。这样，即可对全部氮或蛋白质与碱性溶液中沸腾所释放的氨氮的比率作实验测定。一旦确定了转换因子，就可在无需采取耗时的消解操作的情况下执行一系列分析，以便进行调控。总体分析分为以下步骤：

- 样品添加
- 稀释
- 碱化
- 蒸馏
- 滴定
- 计算

根据该程序，大约可在 10 分钟内完成测定。在样品测量过程中，必须严格遵守针对转换因子实验测定所选择的所有工作条件。

有关应用操作程序的详细说明，请与您当地的 BUCHI 代表联系。

转换因子和回归因子的测定：

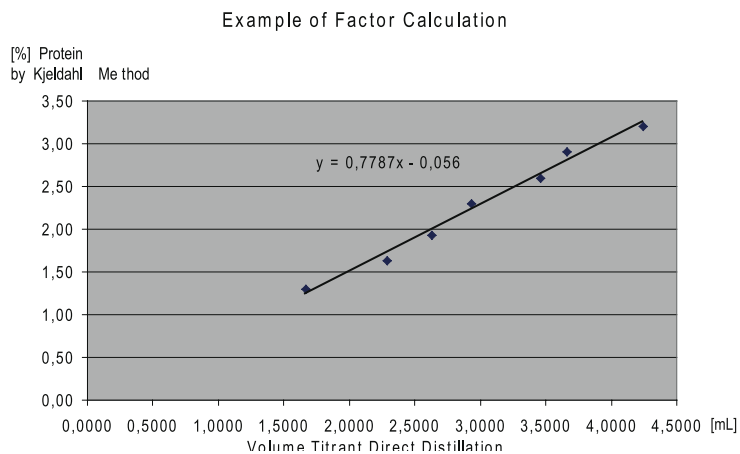


图 4.8：因子计算实例

上述实例的因子

转换因子 = 0.7787; 回归因子 = -0.055。

提示

用蒸馏水稀释，可获得蛋白质含量下降的牛奶样品。

计算：

在因子测定后计算蛋白质含量。

$$g \text{ 蛋白质}/100 \text{ mL} = (V_{\text{sample}} - V_{\text{blank}}) \times \text{Conv. Fact.} + \text{Reg. Fact.}$$

V_{sample} = 样品测定所用滴定剂量 (mL)

V_{blank} = 空白测定所用滴定剂量 (mL)

Conv. Fact. = 用于直接蒸馏的转换因子



Reg. Fact. = 用于直接蒸馏的回归因子

5 投入操作

本章将介绍如何安装仪器并提供试运转指导。

提示

在开箱过程中检查仪器有无受损。如有必要，立即编写状态报告，通知邮递公司、铁路公司或运输公司。妥善保管原始包装，以供将来运输使用。

| | |
|---|--|
|  |  小心 |
| | <p>仪器较重，避免用力过度。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 由于仪器较重，将 KjelMaster K-375 或 KjelSamplers K-376 从各自的包装取出时，至少需要两人。将仪器放下时注意手指。 · 将 K-377 从其包装中取出时，至少需要三人。将仪器放下时注意手指。 |




5.1 安装场地

仪器必须安装在一个稳定、洁净且水平的表面。

出于安全考虑，仪器背面与墙壁或其它物体间的距离至少为 30 cm。不可有容器、化学品或其它物体位于仪器后方。

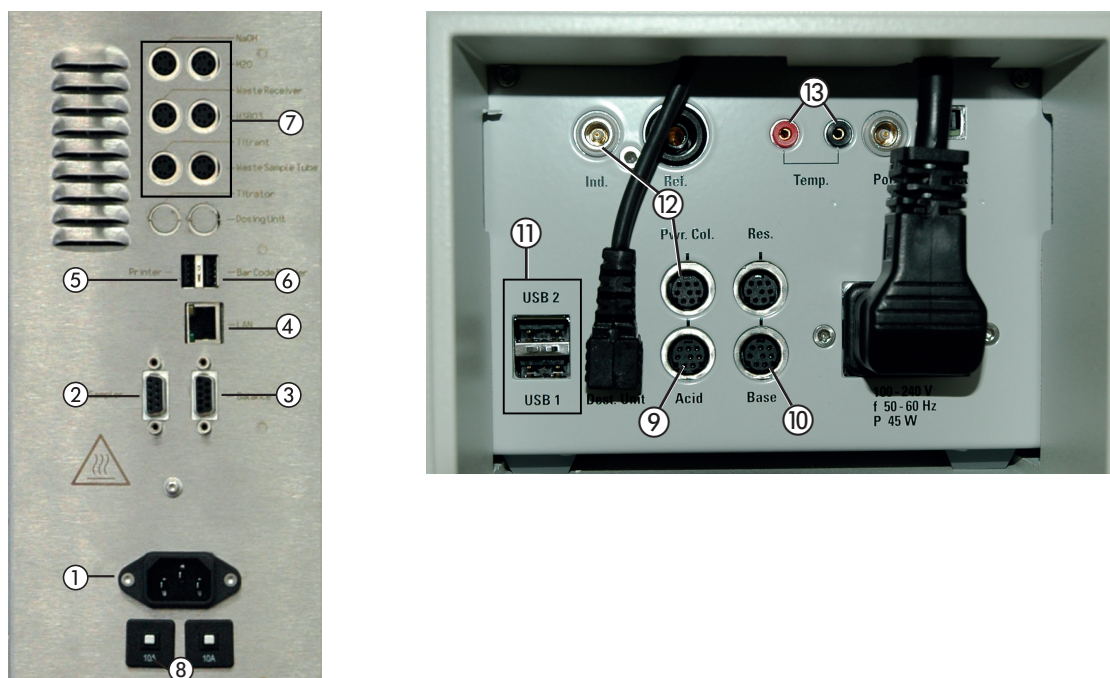
KjelSampler K-376 或 K-377 应安装在 KjelMaster K-375 的左侧，并留有约 10 cm 的空间。确保 K-376 的背部不与任何物体（如软管等）相接触。

在安装所有仪器时，必须确保主开关和电源插座始终处于方便接触之处。

| | |
|---|--|
|  | 注意 |
| | <p>仪器受损风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · KjelSampler K-376 / K-377 的进样器臂在高度上必须具有足够空间，以便移动。 |
|  |  小心 |
| | <p>仪器较重，避免用力过度。</p> <ul style="list-style-type: none"> · KjelSampler K-376 和 KjelMaster K-375 重量较重，搬运时至少需要两人。将仪器放下时注意手指。 · KjelSampler K-377 重量较重，将其从包装中取出时，至少需要三人。将仪器放下时注意手指。 |


5.2 电气连接

5.2.1 K-375 的连接



- | | |
|------------------------------|---|
| ① K-375 电源连接 | ⑧ 保险丝 (2 x 10 A) |
| ② 至 K-376 / K-377 的 RS232 连接 | ⑨ 配液装置接头 (酸) |
| ③ 至外部天平的 RS232 连接 | ⑩ 附加配液装置接头 (碱) |
| ④ LAN 连接 | ⑪ 其它 USB 端口 |
| ⑤ USB 连接 (用于外接打印机) | ⑫ 比色传感器接头 (Ind. 和 Pwr. Col. 端口) 或 pH 电极接头 (仅 Ind. 端口) |
| ⑥ 用于条形码读取器的 USB 连接 | ⑬ 温度传感器接头 |
| ⑦ 液位传感器接头 | |

图 5.1: K-375 的电气连接

| | |
|---|--|
|  | <h3>注意</h3> <p>因电压不当而使仪器受损的风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> 请确保插座上的电压与仪器铭牌上所述电压一致。 注意始终保持仪器与接地插座相连接。由于电源引线有一个模制插头，外部连接与延长线必须带有接地导体引线 (3 极连接件、电缆或插头设备)，从而避免由于意外布线故障而出现风险。 请确保仪器及其周围无电火花，否则仪器可能会受损。 |
|---|--|

在 K-375 仪器上

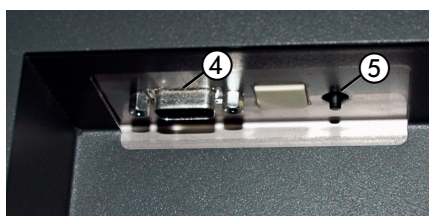
- 将电源线连接至电源接头 ①。
- 将液位传感器连接至相应接头 ⑦。

提示

与 H₂O、NaOH 及 H₃BO₃ 的试剂桶所用的液位传感器不同，必须在软件内说明是否存在废液桶所用的液位传感器！（参见“6.9.1 外围设备”小节）

- 将酸配液装置连接至接头 ⑨。
- 将进样器 (若有的话) 的 RS232 线连接至相应接头 ②。
- 根据图 5.1 中说明连接好任何其它外围设备。

5.2.2 K-376 / K-377 的连接



(外壳左后侧)



(外壳右后侧)

① 电源开关 K-376 / K-377


② 电源接头 K-376 / K-377

③ 保险丝 (2 x 3 A)

④ 至 K-375 的 RS232 连接

⑤ 扳钮开关 (见 8.3 节)

图 5.2: K-376 / K-377 的电气连接


|  | 注意 |
|---|--|
| | <p>因电压不当而使仪器受损的风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 请确保插座上的电压与仪器铭牌上所述电压一致。 · 注意始终保持仪器与接地插座相连接。由于电源引线有一个模制插头，外部连接与延长线必须带有接地导体引线 (3 极连接件、电缆或插头设备)，从而避免由于意外布线故障而出现风险。 · 请确保仪器及其周围无电火花，否则仪器可能会受损。 |

在 K-376 / K-377 进样器上

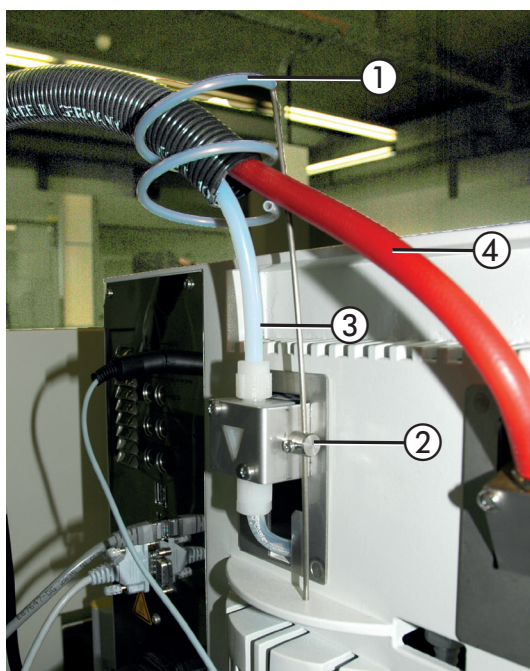
- 将电源线连接至电源接头 ②
- 用线缆将 K-375 仪器与 RS232 接头 ④ 连接好

5.3 输送连接 K-376 (K-377) – K-375

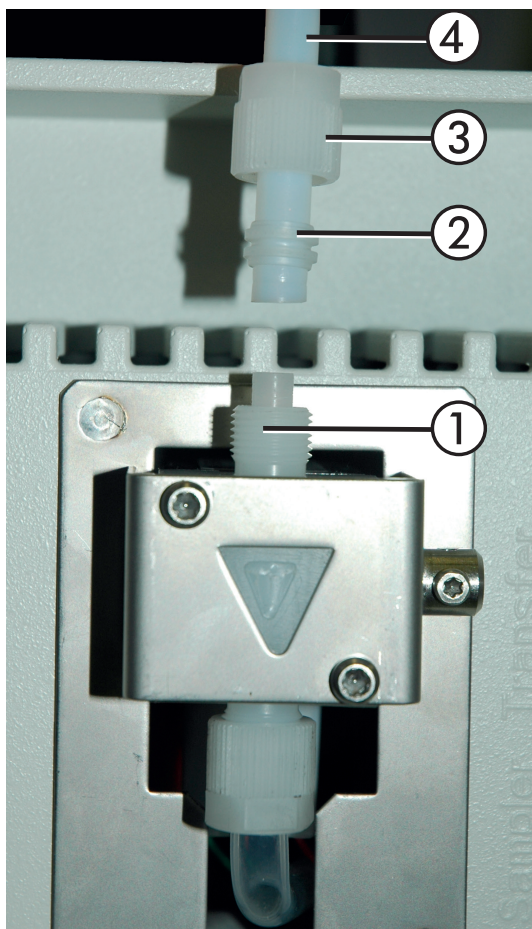
K-375 与 K-376 或 K-377 进样器间的输送连接由两根软管 —— 白色输送软管与红色蒸汽软管组成。这两根软管均须与 K-375 以及进样器 (K-376 或 K-377) 相连, 并用软管夹固定好。K-376 出厂时已预安装了两根软管。

| | |
|---|---|
|  | <p>警告</p> <p>可导致严重腐蚀性化学烧伤。热蒸汽灼伤风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 在试样传送及蒸汽软管缺失、出现故障问题或安装不当的情况下, 切勿将 K-375 与进样器一同操作。 · 确保为采样臂自由运动留出足够的空间 —— 如果采样臂在运动中与任何物体发生碰撞, 可导致输送软管和/或蒸汽软管破裂! |
|---|---|

5.3.1 连接 K-376 与 K-375



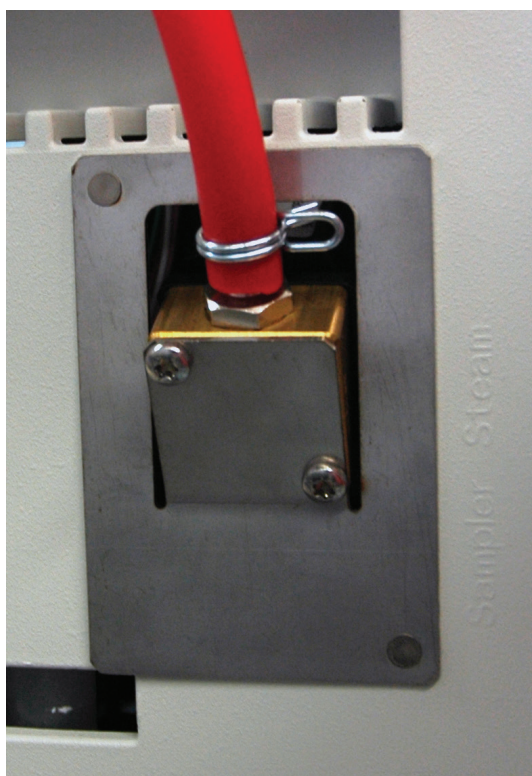
1. 用螺钉将传送软管支架 ① 固定在 K-375 后方的阀门 ② 上。
2. 引导全部两根软管 ③ 和 ④ 通过传送软管支架。



将传送软管固定至 K-375

将白色传送软管安装至 K-375 的阀上 (右上角):

1. 从阀门①的螺纹接口拧下螺丝帽③(注意: 2个零件), 并取出切断环②。
2. 将螺丝帽滑过白色软管④。
3. 将切断环滑过软管。
4. 将软管插到阀门上, 并拧紧阀门上的螺丝帽。



将蒸汽软管固定至 K-375



将红色蒸汽软管安装至 K-375 的蒸汽阀上 (右上角):

- 将红色软管滑动至连接头上, 并用一个软管夹紧固。

图 5.4: 至 K-375 的连接

使用相应/附带的 RS232 线 (交叉) 连接 K-375 和 K-376 / K-377

- K-375: 参见图 5.1 中的 ②
- K-376 / K-377: 参见图 5.2 中的 ④

| | |
|---|---|
|  |  警告 |
| | <p>热蒸汽灼伤风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 确保将一支样品管置于进样器的清洗位置。 |

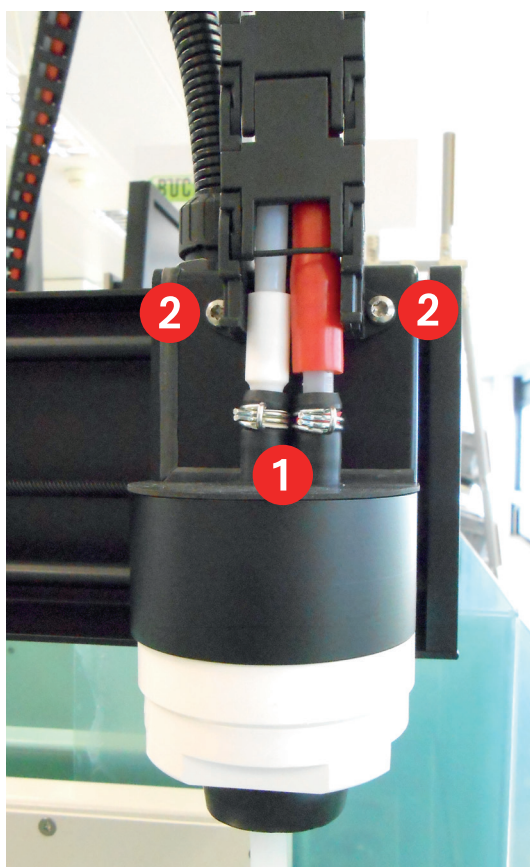
将一支空样品管置于进样器的清洗位置：

清洗位置位于托盘右后侧。

对于 K-376 而言，这是在便捷架右侧的固定位置。

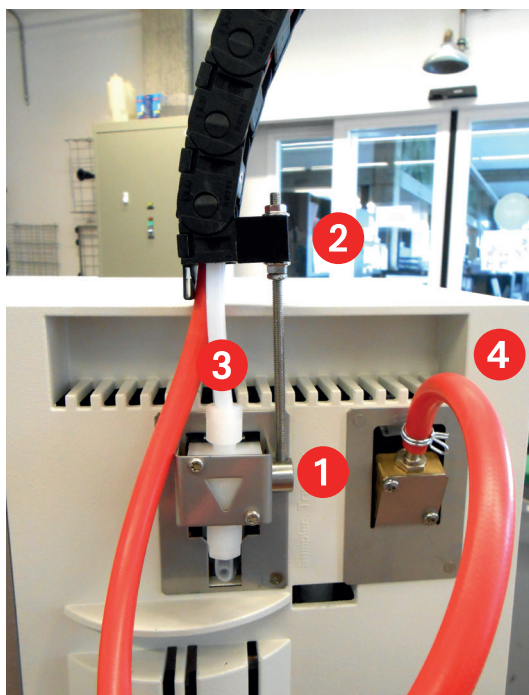
K-377 提供两个清洗位置，每个托盘右后侧各有一个。

5.3.2 连接 K-377 的传输软管



在 K-377 上

- 将传输软管和蒸汽软管连接到进样器臂密封盖顶部的两个接头。使用软管夹 ① 固定两处的连接。
红色蒸汽软管必须固定于第一个位置 (标注有红圈) —— 朝向仪器的正面！
- 使用附带的两颗螺丝 ② 将塑料电缆通道固定在进样器臂上。

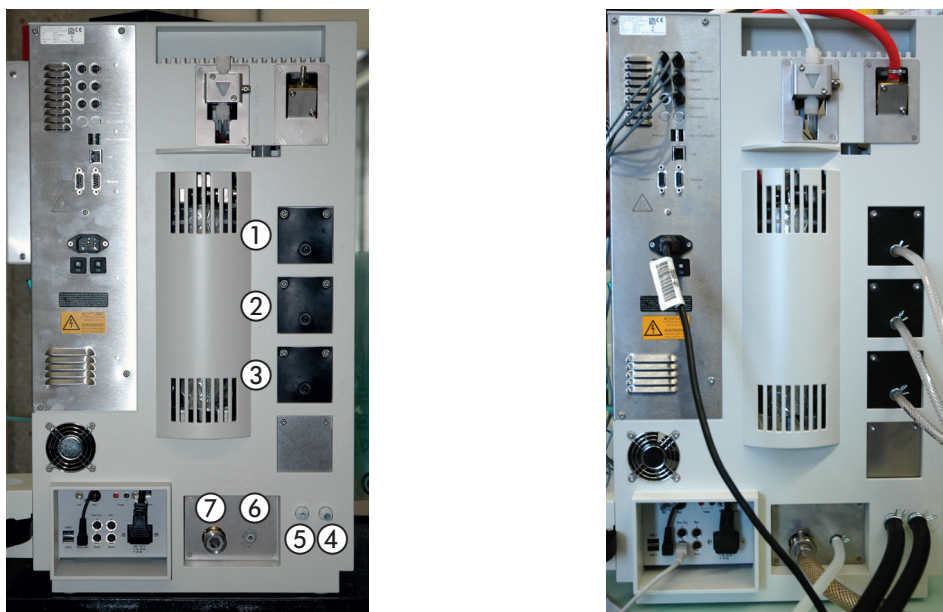


在 K-375 上

- 从阀 ① 的支架上拆除紧固螺丝。
(连接 K-377 无需螺丝)
- 将链条紧固件的环滑到阀 ① 的支架上，拧紧螺纹杆将其固定。
- 将输送连接的塑料支架滑到螺纹杆 ② 上。用手拧紧顶部的第二颗螺母，将其固定就位。
- 使用附带的螺纹接口 ③ 将白色传输软管安装到阀门上。
- 将红色蒸汽软管安装到蒸汽阀门上，并使用软管夹 ④ 固定。

5.4 试剂/水及废液连接

| | |
|--|--|
| | <p>注意</p> |
| | <p>如果超过冷却水进口的最大允许压力，可导致仪器损坏危险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 确保不得超过冷却水进口的最大允许压力 6 bar。 |
| | <p>警告</p> |
| | <p>可导致严重腐蚀性化学烧伤。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 确保试剂桶连接好。若将不正确的试剂桶 (如: 含有 NaOH 的试剂桶) 连接至标有“H₂O”的泵, 则加入的溶液可能是 NaOH, 而非预期的 H₂O。 |



- | | |
|--|----------------|
| ① H ₂ O 泵 (用于蒸汽发生器和样品管) | ④ 废液出口(接收器废液) |
| ② 硼酸 (H ₃ BO ₃) 泵 | ⑤ 废液出口 (样品管废液) |
| ③ NaOH 泵 | ⑥ 冷却水出口 |
| | ⑦ 冷却水入口 |

图 5.5：试剂、水及废液连接

注：

所有泵均为自吸式，在试剂桶处无需过压！

如样品管废液和接收废液将收集至同一试剂桶中，则可采用 Y 形件 (标配物品) 将两根管合并。

冷却水连接

将冷却水软管拧紧至仪器侧冷却水入口，并连接至供水装置。水压不应超过 4 bar，冷却水温度不应超过 25 °C。水管连接所用的法兰螺旋接头采用 G 3/4" 的标准螺纹尺寸。

排放冷却水

将冷却水所用排放管直接置于排放沟（下水槽）中。为此，需将硅胶软管缩短至最佳长度。

确保排放软管无扭结和急弯。

紧固排放管，避免内部以及仪器周围溢流。

废液/排空管

可从接收容器中单独排空和收集残留样品。因此，需要一个单独的收集槽。收集槽的位置必须低于仪器，以保证正常排放。

将废液软管连接至废液出口，并将其直接放入收集槽。为此，需将 EPDM 软管缩短至最佳长度。为防止出现任何回流，可将软管插入试剂桶最深达 10 cm。



图 5.6: 将两个出口引导至一根软管

废液/排空管

可从接收容器中单独排空和收集残留样品。因此，需要一个单独的收集桶。对于样品管和接收容器的综合处置，随附的 Y 形件用于将两根软管引导至一根软管。所有连接都必须使用夹具固定。





图 5.7: 使用直型接头连接排水软管

收集桶的位置必须低于仪器，以保证正常排放。

将废液软管连接至废液出口，并使用夹具固定。必须将软管切割到适当长度。然后，通过直型接头和包括密封圈在内的螺丝帽将排水软管连接到溶剂桶。

或者，也可将废液软管引导至下水槽。

| | |
|---|---|
|  |  警告 |
| | <p>对人类、动物和环境具有危险性和危害性。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 必须仔细收集所有对人类、动物和环境有害的残余物，并按照当地的法律和法规进行处置。 |

5.5 滴定剂滴定管装置

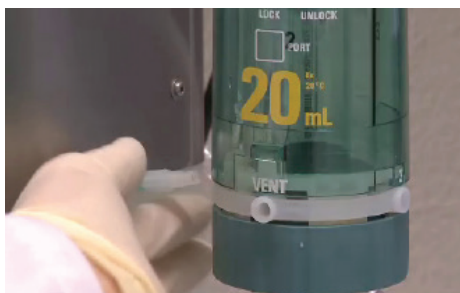


图 5.8: 配液装置处的 FEP 软管连接

用于滴定剂②的预装软管伸出外壳，同时必须连接到配液装置的端口“1”



图 5.9: 安装在滴定溶液瓶上的滴定管

含有滴定酸的试剂瓶使用提供的扎带固定于仪器的右边
①。滴管 (含有定量装置和对应的驱动装置) 安装于试剂瓶上方。

驱动电机的电缆经引导通过 K-375 后侧外壳中的开口, 且必须连接到端口“Acid” (参见章节 5.2.1)。



图 5.10: 通过开口引导电缆

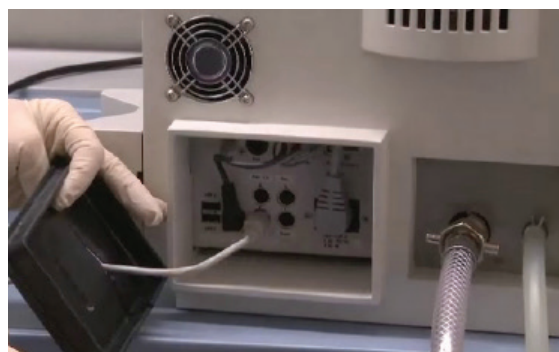


图 5.11: 驱动电机电缆的连接

滴定溶液瓶可通过附带的魔术扣 ① 安装在仪器右侧。滴定管 (由配液装置和相应的驱动单元组成) 安装在瓶上。滴定剂预装管 ② 穿过外壳中的开孔, 并可连接到配液装置。
用于反滴定的其它滴定管的管体也可被引导穿过外壳中预制的开孔。

提示

如果滴定管被堵塞, 请参考第 7.7.6 节“配液装置故障检测”进行处理。有关配液装置的详细安装说明, 请参见随配液装置附带的操作说明书。

5.6 配液嘴的放置

将垫片安装到滴定液配液嘴上，以调整出口位置，并将其放置到接收容器中。其应与搅拌器位于同一高度。



图 5.12: 将垫片安装到配液嘴上

提示

配液嘴不得触及接收容器底部，因为这会阻塞出口。

5.7 试剂桶连接

若需连接试剂桶，操作如下：

- 将 Nylflex 管切成适当长度。
- 将一根 PTFE 吸管插至 Nylflex 管中。
- 将一根 EPDM 密封圈按压在 Nylflex 管上。
- 然后将管体固定到带红色螺丝盖的试剂桶上。

试剂桶的位置不应高过仪器，且应在仪器下方一米或以上。

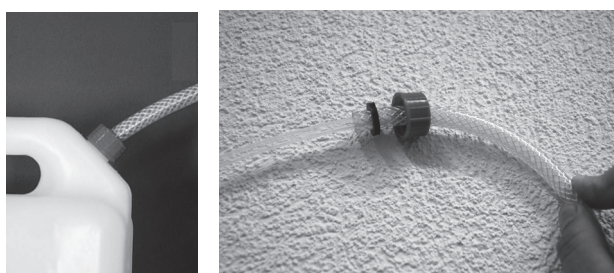



图 5.13: 试剂桶连接

所有泵均为自吸，在试剂桶处无需过压。

| | |
|---|--|
|  | 注意 |
| | <p>含钙水或试剂桶连接错误可能损伤仪器。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 对于 H₂O 试剂桶，仅能使用蒸馏水，以保证蒸汽发生器无需维护。 · 确保试剂桶连接好。如标有“H₂O”的泵连接了不正确的试剂桶 (如含有 NaOH 的试剂桶)，则蒸汽发生器会受损。 |

5.8 液位传感器

仪器出厂时标配了四个液位传感器。三个用于试剂桶 (NaOH、H₃BO₃ 及水)，剩下一个用于废液桶 (样品管或接收器废液)。若有需要，还可选配更多液位传感器。每个传感器分别连接至仪器后方的相应插座上 (见第 5.2.1 节)。

如有必要，可调节液位传感器的灵敏度，以安全检测液位。

根据下图组装液位传感器：

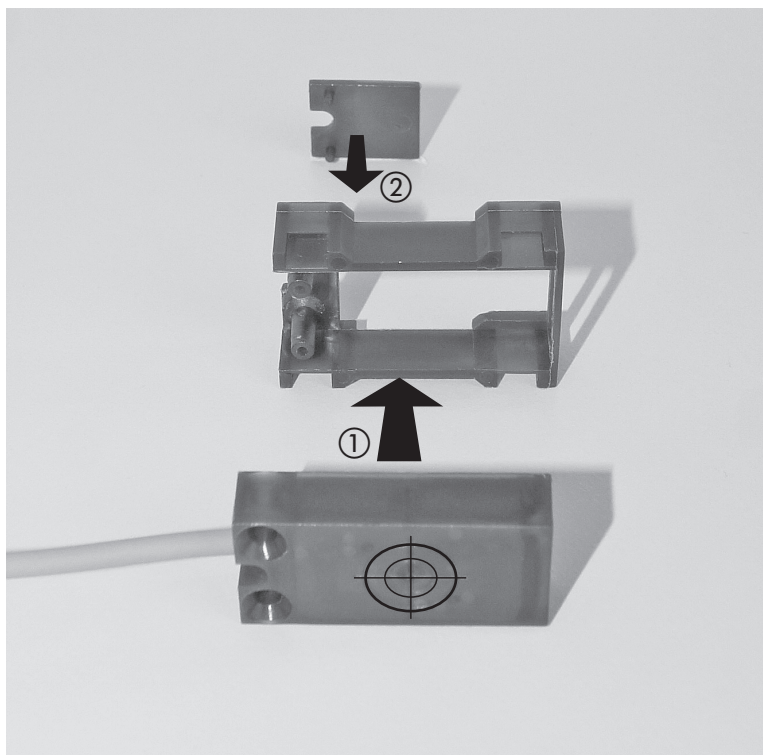


图 5.8：液位传感器的组装

- 采用附带的 O 型圈安装传感器 (参见图 5.9 中 ①)，并将其 (位于仪器后方) 连接至相应端口 (NaOH、H₂O、H₃BO₃、样品管废液、接收废液或滴定剂)。传感器感应侧 (标有十字准线) 必须朝向试剂桶！
- 确保试剂桶装好相应液体。
- 移动传感器 (连同橡胶带)，直至其位于液位以下。
- 这样，传感器上的红色 LED 应当关闭。
- 如传感器未安全检测液体：
用一把小型螺丝刀设置传感器的灵敏度 (采用较小的调节螺丝) (参见图 5.9 中的 ②)。

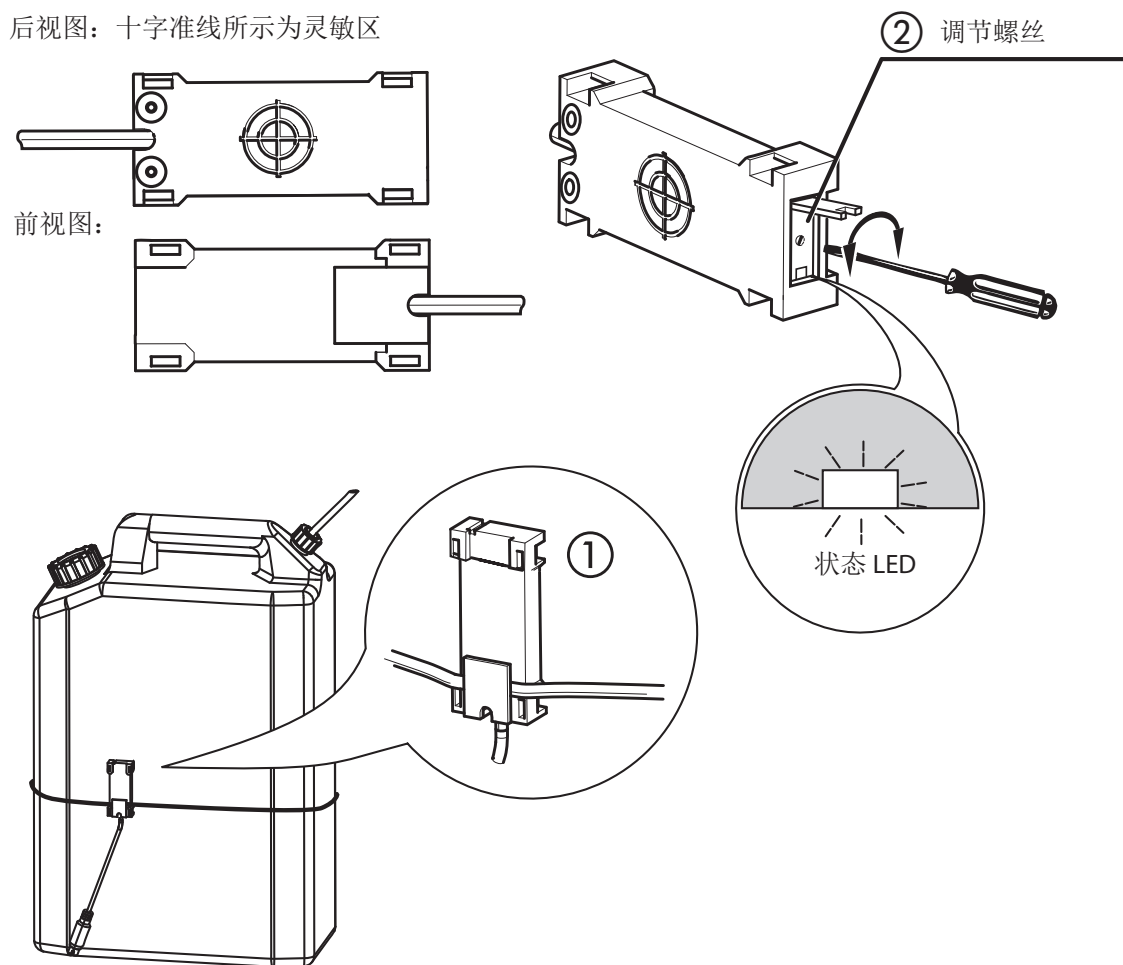


图 5.9: 固定液位传感器

提示

当红色 LED 关闭时，传感器会检测液体。

在设置 ▸ 外围设备屏幕中，必须将废液桶的液位传感器设为激活状态（参见“6.9.1 设置”小节）。这对其它传感器并非必需。

5.9 滴定传感器的安装

将传感器连接到已经安装的电缆上。



图 5.16：传感器的连接

5.9.1 电位传感器

从存放盖上拆下 pH 电极，并将其插入接收容器中。垫片用于调整位置。电极不得触及接收容器底部，因为这会导致玻璃破裂。理想位置是高于接收容器底部 1-2 mm。

注意

如果向接收容器底部推动电极的压力过大，则存在损坏传感器的风险。

存放不当可能会损伤传感器。

始终将 pH 电极放在存放盖中，并浸入饱和 KCl 溶液 (4.2 mol/L)。pH 电极不得干燥存放，这会损坏隔膜。如果将 pH 电极干燥存放，需在进一步使用前让其在饱和 KCl 中还原 24 小时或至少隔夜。

5.9.2 比色传感器

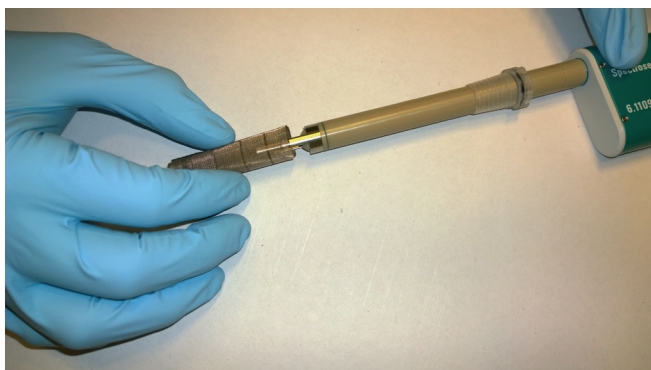


图 5.17：在传感器上安装保护网

将保护网安装到比色传感器。保护网必须覆盖整个测量单元。为便于空气逸出，必须将其齐平安装在传感器底部，且保护网上部应留有小间隙。将传感器插入到接收容器，靠近底部位置。保护网重叠部分应朝配液嘴的方向放置。应将传感器放置在接收容器触及底部的位置。

5.10 外围设备的连接

以下仪器及附件可与 K-375 相连：

- 多达 6 个液位传感器，用于监视试剂桶或废液桶中的液位。
- 一台用于打印结果或方法的打印机（通过 USB 端口）
- 用于在网络上存储数据或与可选计算机软件 KjelLink 通信的网络电缆 (LAN)
- 用于自动测定取样序列的 K-376 / K-377 进样器
- 一台用于自动获取试样重量的天平
- 一台用于获取 ID 或批号等取样数据的条形码读取器
- 一台用于反滴定的附加外部配液装置

5.10.1 连接打印机

K-375 支持使用打印机，可采用 USB 端口和 PCL 3 或更高（PCL 5e、PCL 6、PCL 7 等）（惠普等）的语言。

打印机连接至标有“Printer”（打印机）的 USB 端口（图 5.1 中的 ⑤）

此外，如果 K-375 已连接到网络，亦可使用网络打印机。

提示

要使用打印机，确保先打开打印机，再开启 K-375。

5.10.2 连接网线

数据不仅能存储在仪器本地，还可存储到某个网上邻居。可将一条网线连接至后方 LAN 端口上的仪器。有关网络设置调节，请参见“6.9.1 设置 ▶ 网络”小节。

关于网络连接的更多详情，请参见文档“K-375 网络连接手册”（该手册可从任何一位授权 BUCHI 代表那里获取）。

5.10.3 连接 KjelSampler K-376 或 K-377

通过附带的 RS232 线缆将 KjelSampler K-376 或 K-377 连接至 KjelMaster K-375。

5.10.4 连接天平

所连接的天平必须满足以下标准：

- 天平必须配有一个 RS232 接口和一个“打印”按钮。否则，无法将样品重量发送至 K-375。
- 天平的 RS232 设置与 K-375 软件必须相符。
- 从天平发送的命令必须具有以下字符串：floating point_unit。

重量将被传送并保存到 K-375 中。负值将被自动转换成正样品重量。

有关天平的配置，请参见设置 ▶ 外围设备屏幕（参见“6.9.1 设置”小节）。

5.10.5 连接条形码读取器

USB 条形码读取器可用于读入以条形码形式打印的数据（例如，样品名称或样品重量）。条形码读取器可连接到 K-375 背部相应的 USB 接口。（参见第 5.2.1 节“K-375 的连接”。）

5.10.6 反滴定用外部配液装置


外部配液装置与仪器后方的“Base”端口相连接。（参见图 5.1 中的 ⑩）有关配液装置的安装和组装，请参见配液装置操作说明书。

提示

为实现最佳性能以及测量值的最小波动，含滴定剂的配液装置的滴定头必须处于接收容器的“TITR”位置。第二个滴定头可位于其它任何位置！

5.10.7 电极连接

将 pH 电极连接至已安装好的电极线上。从存放盖上拆下 pH 电极，并将其插入滴定容器中。

| | |
|---|---|
|  | 注意 |
| | <p>存放不当可能会损伤仪器。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 始终将 pH 电极放在存放盖中，并浸入饱和 KCl 溶液 (4.2 mol/L)。pH 电极不得干燥存放，这会损坏隔膜。如果将 pH 电极干燥存放，需在进一步使用前让其在饱和 KCl 中还原 24 小时或至少隔夜。 |

5.11 系统准备

5.11.1 软件准备

通常，在第一次使用仪器前，建议检查并调整“主页 ▶ 设置”中所有的仪器设置。

下面提供了一些最常见的调节设置：

定义区域设置

主页 ▶ 设置 ▶ 区域设置

选择仪器语言、键盘布局、日期以及时间格式

设定日期和时间

主页 ▶ 设置 ▶ 日期和时间

设定日期、时间及时区

定义用户(可选)

主页 ▶ 设置 ▶ 用户管理

可为不同用户定义不同用户权限。如未定义用户，则无法采用用户管理。更多信息，请参见“6.3 用户概念”小节。

检查外围设备

主页 ▶ 设置 ▶ 外围设备

确保所有连接的外围设备均已选择和配置。

为结果及其它数据指定一个导入和导出路径

主页 ▶ 设置 ▶ 导入和导出

数据可导出至 USB 设备，也可导出至网络数据共享位置。若要使用网络数据共享，则需指定一条路径。

根据您的首选应用及方法，您必须设定以下项目：

滴定液

主页 ▶ 滴定液

对应用程序可能会采用的所有溶液进行设定。

参考物质 (可选)

主页 ▶ 参考物质

指定参考物质及其理论值。

方法 (可选)

主页 ▶ 方法

定义一种新测定方法或修改现有方法 (必要时)。

空白校正

主页 ▶ 空白校正

测定系统在空白校正方面的一般性能。

5.11.2 硬件准备

要为首次使用准备硬件, 则只需执行几项工作:

校准 H₂O、H₃BO₃ 和 NaOH 专用泵

主页 ▶ 系统准备 ▶ 泵校准

- 选择需校准的泵 (H₂O、NaOH 及 H₃BO₃)。
- 输入目标“配量”, 如50 mL。
- 按下开始启动校准程序。
-
- 测量实际配量并输入显示屏以作为校准量。重复校准程序, 直至所测量的容量与分配剂量相符合。
- 50 mL 条件下允许差异为 ±5 mL。

提示

可将 H₂O 和 NaOH 分配至样品管中, 然后倒入一个量筒。

可将 H₃BO₃ 直接分配至接收容器中, 然后倒入一个量筒。

滴定管及滴定软管的冲洗

主页 ▶ 系统准备 ▶ 滴定管功能 ▶ 配液

将一些液体配入至废液杯中, 对滴定管及滴定软管进行冲洗。重复冲洗操作, 直至整个滴定管及所有滴定软管均装满滴定液。确保滴定管及滴定软管中无气泡。

pH 电极校准

主页 ▶ 系统准备 ▶ pH 电极校准

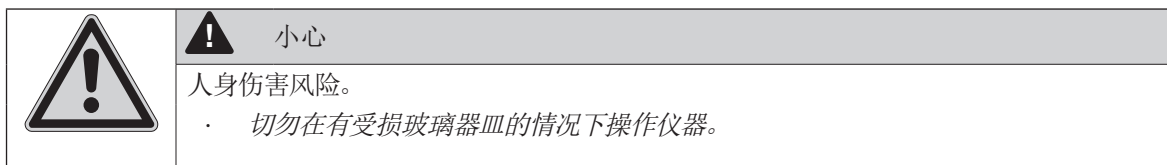
根据屏幕上的指示说明校准 pH 电极 (参见第 6.6.1 节)。

提示

我们建议采用 pH 7 和 pH 4 缓冲液对 pH 电极作定期校准 (如每天早上)。

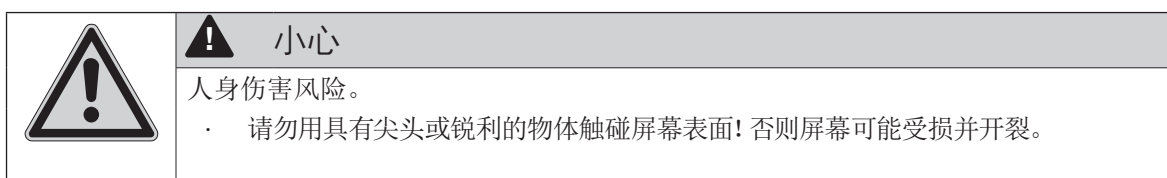
6 操作

本章给出了仪器的典型应用实例以及如何安全正确地操作仪器的说明。



6.1 工作原理

K-375 的图形用户界面通过触摸屏操作。要在对话框选择一个按钮或输入元素，只需使用较软的钝体或指尖触碰屏幕即可。



6.2 主页屏幕

用户界面的核心元素为主页屏幕：



图 6.1：主页屏幕

主页屏幕包含 4 个不同区域，其按钮可将您引至相应对话窗：

| 功能区域 | 图标 | 对话框 | 描述 |
|-----------------------------------|---|-----------|--|
| 测定 所有与样品测量相关的工作 (系统准备和样品定义) |  | 系统准备和手动操作 | 执行所有与系统准备相关的工作，如预热、预运行、清洗、排空、电极校准等定期工作，或与滴定管、泵及进样器相关的手动操作。 |
| |  | 单个样品 | 按照类型、名称、方法及（结果）组测定单个样品。（其它参数视样品类型而定。） |
| |  | 样品列表 | 创建一个样品列表 —— 该列表中的样品在没有自动进样器的情况下将逐一测定。 |
| |  | 序列 | 创建一个样品序列，每个样品架均预设样品（采用自动进样器处理）。（只有已在“设置”项下设置了自动进样器后才可见。） |
| 结果 所有与系统结果相关的工作（存储、查看、打印和选择） |  | 结果组 | 创建与查看用于存储结果的组。 |
| |  | 最近结果 | 查看、打印或导出最近样品测定的结果。 |
| |  | 空白校正 | 计算平均空白，输入手动空白或修改空白校正设置。 |
| 测定参数 所有与方法及采用的溶液及物质相关的工作。 |  | 方法 | 创建、导入、编辑并管理您的测定方法。 |
| |  | 滴定溶液 | 管理全部所用的滴定液。 |
| |  | 参考物质 | 管理全部所用的参考物质。 |
| 设备 所有与设备相关的工作。 (设置、实用工具及诊断) |  | 设置 | 修改所有仪器设置，如日期和时间、网络设置、外围设备及用户管理。 |
| |  | 实用工具 | 为数据库备份设定您的备份路径，使用实验室定时器或切换至仪器的演示模式。 |
| |  | 诊断 | 切换至检修模式，并查看或检查所有相关系统组件。 |
| |  | 退出 | 仪器登录/退出。（仅在使用用户管理时才可见。） |

在每个屏幕上按下主页按钮，您都从其他任何屏幕返回主页屏幕。

6.2.1 标题栏

所有屏幕顶部均有一个标题栏，其中包含以下组件：



图 6.2 标题栏

- 1 当前对话框的图标
- 2 当前对话框的标题
- 3 系统状态图标
- 4 针对当前屏幕的选项、提示或帮助
- 5 日期和时间

6.2.2 底栏

与标题栏一样，任何屏幕均会显示一个底栏。其包含 5 个不同按钮，其功能永不改变（唯一的例外是：在运行序列期间开始按钮将切换为暂停）：



图 6.3 底栏

- 1 主页 —— 使用该按钮可从任意屏幕返回到主页屏幕。
- 2 显示/隐藏状态 —— 显示或隐藏状态视图。
- 3 就绪/待机 —— 使系统模式在待机与就绪间切换。为节约能源，蒸汽发生器在待机模式下为关闭状态。
- 4 开始/暂停 —— 开始一项任务，或暂停一个运行序列。
- 5 停止 —— 停止一项任务。
该按钮也用作紧停开关。如果仪器出现故障或存在运行错误，您可按下停止按钮中止当前的一切任务。（电流会切断，令所有阀关闭。）

6.2.3 系统状态图标

| 图标 | 含义 |
|--|--|
|  | 仪器准备就绪，无任何限制。 可开始一项样品测定/任务。 |
|  | 一项任务正在进行（测定、预热、清洗等） 无法启动一项样品测定/任务。 |
|  | 状态/信息下方显示警告消息。 在开始一项任务前检查状态/信息。“开始”按钮可能为无效状态，具体取决于警告原因。 |
|  | 存在错误问题必须在开始测定前解决（如滴定仪未准备就绪、配液装置未连接等）。 |
|  | 仪器处于待机模式（蒸汽发生器关闭，节能模式） - 按下“就绪”可返回至操作模式。 |
|  | 严重错误 —— 请联系 BUCHI 服务人员。 |

警告及信息消息可在状态示图的“信息”部分查看。（可通过底栏中的“显示/隐藏状态”按钮查看。）

6.3 用户概念

软件可识别两种不同的用户 —— 管理员（对系统的任何区域及任何功能均无访问限制）和操作人员（访问仅限于仪器日常运行所需工作任务）。

操作人员能够

- 执行系统准备任务和定期任务；
- 设置和执行任何类型的样品测定；
- 分配结果至结果组；
- 查看、过滤并导出结果；
- 计算平均空白；
- 修改滴定液的滴定度；
- 针对测定确定蛋白质系数。

对设备设置的访问仅限于对结果单元及一些其它设置（语言、打印机、进样器等）的定义。

提示

一旦您忘记了管理员账户密码，您可向 BUCHI 服务中心索要 BUCHI 管理员密码。BUCHI 管理员账户始终存在于您的系统上，不会被删除。密码的有效期为一天，以便在您的系统上创建一个新管理员账户。

6.4 可编辑和不可编辑菜单项

- 所有具有白色背景的菜单项均可用于查看但无法编辑。
- 所有显示灰色背景的菜单项均可进行编辑或通过点击显示更多信息。按钮右端的小箭头表明存在更多说明屏幕。

在下例中, 滴定度是操作人员唯一能修改的属性。

图 6.4 滴定液屏幕

一个项目是否为可编辑状态, 具体取决于用户权限。所有默认存在的资源 (标准方法、滴定液及参考物质) 均无法删除, 这些项目会带有一个小挂锁符号。

提示

样品列表及序列可由具有管理员权限的用户锁定或解锁, 必须选中列表或序列前面的勾选标记并按下锁定按钮。



图 6.5 列表条目

- 1 用于选择项目的勾选框
- 2 挂锁 —— 表明项目无法被删除
- 3 箭头符号 —— 表明在该项目下存在更详细的说明屏幕

提示

若需选择更多序列项目, 按如下步骤操作:

- 勾选首个项目的勾选框
- 鼠标保持按住不放, 勾选最后项目的勾选框, 这样可自动选中之间的全部勾选项。

6.5 状态视图

通过底栏中的状态显示/隐藏按钮可进入系统状态视图：



图 6.6 状态视图

- 1 用于硼酸、氢氧化钠及水直接配量的按钮。

提示

具有管理员权限的用户可在以下项目下调节每次点击的配量

主页 ▶ 设置 ▶ 状态视图下的配量

- 2 用于在结果、图表及信息显示间进行切换的按钮。
- 3 状态区 —— 指示系统状态并显示运行任务目前的阶段。
- 4 运行任务进程指示（剩余时间、滴定量及测得的 pH）。
- 5 信息区 —— 显示含有当前有效空白的最近结果、测定图表或系统信息。

状态区的颜色

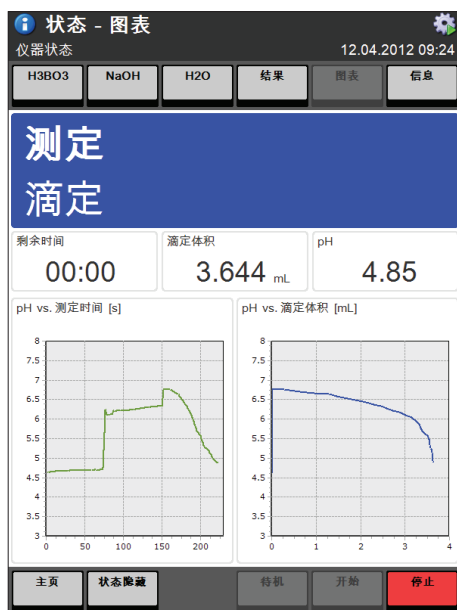
| 状态区的颜色 | 含义 |
|-------------------------|----------------------------------|
| 准备好 | 绿色 —— 系统准备就绪，可执行样品测定。 |
| 待机 | 橙色 —— 系统处于待机模式。(蒸汽发生器已关闭) |
| 测定 加液 | 蓝色 —— 系统忙碌中 (准备工作、定期任务、或样品测定运行)。 |
| 未准备好 滴定仪未准备好 | 红色 —— 系统出错或系统组件未准备就绪。 |

6.5.1 结果显示



状态视图的结果显示会显示出最近 3 项结果以及当前有效空白 (连同其类型和值)。

6.5.2 图表显示



状态视图的图表显示会显示出两张图表：

- pH 与测定时间 [s] 以及
- pH 与滴定量 [mL]

提示

图表仅临时可用，其会被下一次测定的图表覆盖。它们未包含在手动数据导出中。每次自动导出的结果都将包含图表。

6.5.3 信息显示



状态视图的信息显示会显示出所有系统及错误消息。

6.6 测定

通常, 采用 K-375 进行样品测定有三种不同方法:

- 单个样品的测定 (逐一测定, 无进样器)
- 预设样品列表的测定 (逐一测定, 无进样器)
- 预设序列中整架的测定 (采用 K-376 或 K-377 进样器)

表 6-6 : 样品测定的可能性

| | 单个样品测定 | 样品列表测定 | 序列 (自动样品架测定, 使用进样器) |
|-------|---|--|---|
| 建议用于: | <ul style="list-style-type: none"> · 仅少量样品 · 快捷样品 (例如, 中断一个组) · 方法评估 | <ul style="list-style-type: none"> · 许多样品 (> 10) · 常规分析 · 列表中的样品数是变量 | <ul style="list-style-type: none"> · 含消解的测定过程 · 许多样品 (> 20) · 常规分析 · 定义样品架中的最大样品量 (快捷样品架为 4/12 个样品, 常规样品架是 20 个样品) |
| 操作步骤: | 1. 输入第一个样品的数据 2. 测定第一个样品 3. 输入第二个样品的数据 4. 测定第二个样品 5. ... | 1. 输入全部样品的数据 2. 测定第一个样品 3. 测定第二个样品 4. ... | 1. 输入全部样品的数据 2. 测定第一个样品 3. 测定第二个样品 4. ... |
| 说明: | 无进样器。 | 无进样器。 | 采用 KjelSampler K-376 / K-377。 |

提示

在触摸屏上按下红色停止键, 可立即中止一切进程。

提示

在开始样品测定前, 始终检查显示屏右上角的系统状态图标, 以确保仪器已就绪用于测定, 并且无任何限制。

应显示以下图标:



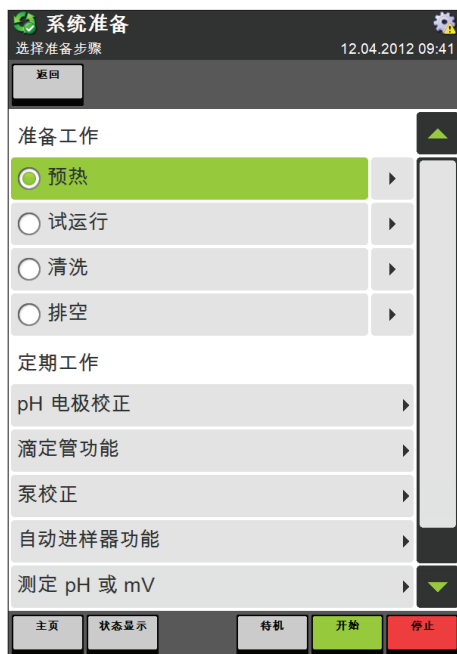
其它可能表明初步用户互动 (以便准备仪器或解决问题) 的必要性的图标。详细说明请参见“6.2.3 系统状态图标”小节。

6.6.1 系统准备



在系统准备区内,可定义并执行所有与系统准备相关的任务(如预热、预运行、清洗及排空)。此外,还可执行电极或泵校准等定期任务以及与滴定管、进样器或 pH 测量相关的某些手动操作。

准备工作



(截屏拉伸)



系统准备对话框分为两部分:

准备工作

- 预热
- 预运行
- 清洗
- 排空

定期工作

- pH 电极校准
- 比色传感器 Setpoint
- 滴定管功能
- 泵校准
- 进样器功能
- 测量 pH 或 mV

预热

蒸馏系统的玻璃部件必须在分析前预热。该步骤通过清洗和排空样品管完成。建议在玻璃器皿冷却后执行预热。状态视图中的状态消息会告知用户是否需要预热。

如果在“设置”项下配置了一台自动进样器,请针对“预热循环”选择“仅仪器”或“通过进样器”。

对于“仅仪器”,仅对 K-375 仪器的玻璃器皿及管件进行加热。通过“通过进样器”选项,还可将一台相连接的进样器的玻璃器皿与管件加入加热程序中。

预热程序的时长(“蒸馏时间”)无法修改。

按下开始可启动预热程序。

系统准备 - 试运行
设置试运行选项 12.04.2012 10:13

返回 出厂默认

试运行参数

试运行前预热 否

试运行次数 1

试运行循环 仅仪器

蒸馏参数

H₂O体积 50 mL

NaOH体积 60 mL

反应时间 5 s

蒸馏模式 固定时间

蒸馏时间 150 s

蒸馏搅拌速度 5

蒸汽力度 100 %

滴定参数

滴定类型 硼酸滴定

接收溶液体积 50 mL

滴定溶液 H₂SO₄ 0.1 mol/L

传感器类型 电位

滴定模式 标准

测量模式 终点 pH

终点 pH 4.65

滴定搅拌速度 7

滴定开始体积 0.000 mL

滴定算法 最佳

排空参数

样品管排空 是

接收瓶排空 是

主页 状态显示 待机 开始 停止

(截屏拉伸)

试运行

试运行用于整个系统的准备工作。该准备程序包括采用一根干净的空样品管进行的蒸馏和滴定以及化学品配量。建议在开始分析前，每天至少执行一次试运行。试运行程序与样品测定方法类似，可加以改动。

试运行参数

如在试运行程序前将“试运行前预热”选为“是”，则会执行一项预热程序。

设定“试运行循环”的数目。

如果试运行程序通过现有进样器来执行，则将“试运行循环”设为“通过进样器”。(仅在已在“设置”项下配置了进样器后方可见)

其它参数设置蒸馏参数、滴定参数和排空参数与方法中的相同。您可在“6.8.1 方法”小节中看到详细说明。

按下开始启动试运行程序。

按下出厂默认设置可重置该屏幕设置。

提示

若仅选择了一次试运行循环，且无排空，则根本不会进行排空操作。

若选择了不止一次试运行循环，且无排空，则样品管和接收容器将在单个试运行循环间排空，但在已执行完最后一个循环之后不会进行排空，系统会在最后一个循环过后停止运行。



清洗

通过定期清洗，可延长玻璃部件的使用寿命。因此，建议在关闭仪器前先执行几次清洗循环。清洗程序可通过洁净的样品管中水蒸馏的方式进行。这样，可去除最终样品测定的所有残留物。

与蒸馏时间 (秒) 一样，每次清洗循环所用水量 and 清洗循环数均可修改。

蒸汽输出可设定在 30% 至 100% 范围内。如有进样器，可将清洗循环从“仅仪器”提升至“通过进样器”。这样，也可对接入和接出进样器的软管进行清洗。

按下开始启动清洗程序。

按下出厂默认设置可重置该屏幕设置。

提示

若仅选择了一个清洗循环，并且无排空，则根本不会进行排空。

若选择了不止一个清洗循环，并且无排空，则样品管和接收容器将在单个清洗循环间排空，但在已执行完最后循环后不会进行排空。系统会在最终样品测定结束后停止运行。



排空

排空程序会自动排空样品管和/或接收容器。来自这两处的所有废弃物液体均可单独收集。

选择“是”可启用自动排空，选择“否”可关闭相应容器的自动排空。

按下开始可执行排空。

6.6.2 单个样品

通常,可测定四种不同样品:



- 空白 (可用于样品结果的校正)。
- 样品
- 参考物质 (如果参考物质位于预定义限制之外可拒绝结果)
- 控制空白 (待测定, 仅供参考 —— 不能用于样品校正)

单个样品测定用于无进样器情况下少量需测量的样品。



首先必须选定样品类型:

- 空白、
- 样品、
- 参考物质或
- 控制空白。

根据所选择的样品类型, 可提供不同参数:



对于空白型样品,

按下“名称”, 为空白结果输入一个名称。

按下“方法”, 从可用方法列表中选择用于空白测定的方法。

按下“组”, 从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)

单个样品测定
选择编辑样品参数 12.04.2012 13:42

返回

类型 样品

名称

样品重量 0.0000 g

蛋白质因子 6.25

方法 Standard Method

群组 Default

主页 状态显示 准备好 开始 停止

对于样品型样品，

按下“名称”，为样品结果输入一个名称。

按下“样品重量”，输入样品的重量(单位 [g] 或 [mL])。

按下“蛋白质因子”，为结果的测定输入蛋白质因子。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于样品测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)

单个样品测定
选择编辑样品参数 12.04.2012 13:42

返回

类型 参考物质

名称

参考物质 Acetanilide

样品重量 0.0000 g

方法 Standard Method

群组 Default

主页 状态显示 准备好 开始 停止

对于参考物质样品类型，

按下“名称”，为参考物质测定结果输入一个名称。

按下“参考物质”，从列表中选择参考物质。

按下“样品重量”，输入样品的重量(单位 [g] 或 [mL])。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于参考物质测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)



对于控制空白型样品，

按下“名称”，为控制空白结果输入一个名称。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于控制空白测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)

6.6.3 样品列表



通过样品列表功能，可预定义一个在无进样器情况下需逐一测定的完整样品列表。每个样品列表可填入任意数量的预定义样品。如一次选定一个样品列表的全部样品用于测定，其测定顺序将与被添加到列表中的顺序相同。也可从列表中选择单个样品，从而以不同顺序测定样品。

可自由选择各个样品的类型（空白、样品、参考物质或控制空白）和名称。这对于所采用的方法以及结果组（用于结果的存储）同样适用。

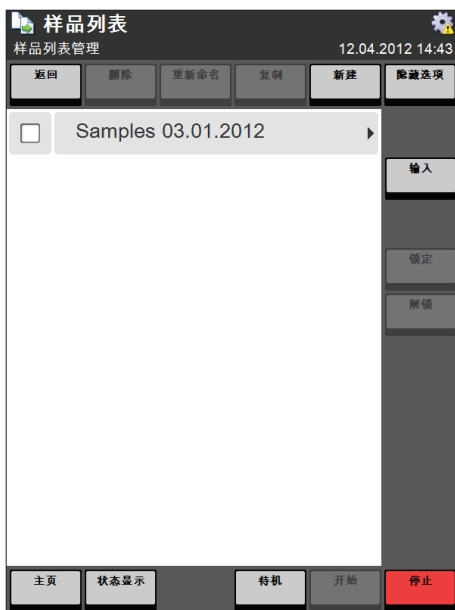
对于样品，必须说明重量和蛋白质因子。如有一个相配的天平与仪器相连，则可从该天平自动获取每个样品的重量。

提示

对于每个新样品，此前输入的条目均用作默认值（名称默认值取决于样品类型，这种情况下同一类型的最后样品的名称会用作默认值）。所有默认值均可被覆盖。

要开始样品列表测定，您必须输入列表并选择需测定的样品。要选择完整列表，只需勾选首个样品前面的勾选框并保持勾选列表最后一个样品前面的勾选框，或使用全选。这样，其间的全部样品均会被勾选。（这也适用于多个样品的取消选择。）要将样品从测定中排除，可取消相关样品前面的勾选框。

一旦有样品被测定（带或不带有效结果），该样品将从列表中删除，列表中的下一个样品会成为首选（下一个需测定的样品）。在处理完列表中的所有样品后，空列表会保留在仪器上（可针对下一次测定重新加入样品，也可手动删除）。



样品列表屏幕显示一个包含全部现有样品列表的列表。

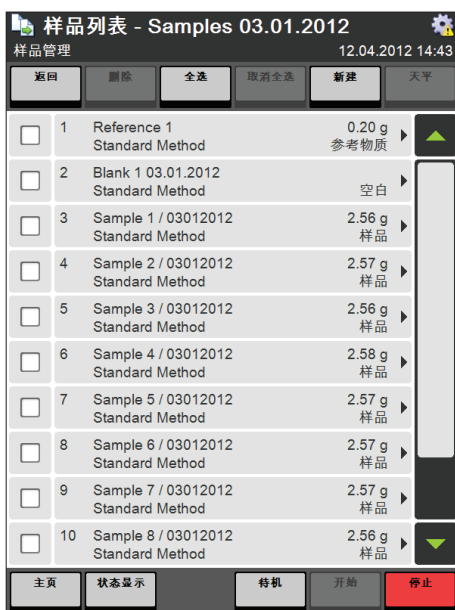
可通过新建来创建新样品列表，并可删除、重命名或复制现有列表。

还可通过 USB 设备或网上邻居导入在另一台个人电脑上创建的样品列表。

具有管理员权限的用户还可对样品列表进行锁定和解锁。

提示

锁定的样品列表无法编辑，且所含样品无法测定，但其可用作模板(可复制)。



在每个样品列表中，全部所含样品都带有名称、类型、方法及重量(空白(无需重量)除外)。

样品被添加至带有新建按钮的列表中。在选择后，可删除已有样品。

通过全选/取消全选按钮，可一次性选择或取消选择所有样品。

... Samples 03.01.2012 - Position 3
12.04.2012 14:43

选择编辑样品参数

返回 上一个 下一个 新建

类型 样品

名称 Sample 1 / 03012012

样品重量 2.56 g

蛋白质因子 6.25

方法 Standard Method

群组 Default

信息

最近修改 12.04.2012 14:03

创建者 Admin

主页 状态显示 待机 开始 停止

在添加一个新样品时，与之前添加样品具有相同类型的样品始终会自动添加。新添加样品的所有参数均可修改。使用上一/下一位置按钮，可从一组样品参数移动至列表中上一或下一样品的参数。

... Samples 03.01.2012 - Position 3
12.04.2012 14:43

上一个 下一个 新建

类型

空白

样品

参考物质

控制空白

上个参数 取消 确定 下个参数

主页 状态显示 待机 开始 停止

每个样品的首个参数均为样品类型：

- 空白、
- 样品、
- 参考物质或
- 控制空白。

按下**新建**可在下一位置上输入一个所选类型样品，且无需离开屏幕。

按下**确定**，则样品被添加至实际位置，样品列表将再次显示。

根据所选的样品类型，可提供另一组不同参数。

... Samples 03.01.2012 - Position 2
12.04.2012 14:44

选择编辑样品参数

返回 上一个 下一个 新建

类型 空白

名称 Blank 1 03.01.2012

方法 Standard Method

群组 Default

信息

最近修改 12.04.2012 13:53

创建者 Admin

主页 状态显示 待机 开始 停止

对于空白型样品，

按下“名称”，为空白结果输入一个名称。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于空白测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用**新建组**按钮创建一个新的结果组。)

... Samples 03.01.2012 - Position 3
选择编辑样品参数 12.04.2012 14:44

返回 上一个 下一个 新建

类型 样品

名称 Sample 1 / 03012012

样品重量 2.56 g

蛋白质因子 6.25

方法 Standard Method

群组 Default

信息

最近修改 12.04.2012 14:03

创建者 Admin

主页 状态显示 待机 开始 停止

对于样品型样品，

按下“名称”，输入样品结果名称。

按下“样品重量”，输入样品的重量(单位 [g] 或 [mL])。

按下“蛋白质因子”，为结果的测定输入蛋白质因子。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于样品测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)

... Samples 03.01.2012 - Position 1
选择编辑样品参数 12.04.2012 14:44

返回 上一个 下一个 新建

类型 参考物质

名称 Reference 1

参考物质 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

样品重量 0.20 g

方法 Standard Method

群组 Default

信息

最近修改 12.04.2012 13:53

创建者 Admin

主页 状态显示 待机 开始 停止

对于参考物质样品类型，

按下“名称”，输入参考物质测定结果的名称。

按下“参考物质”，从列表中选择参考物质。

按下“样品重量”，输入样品的重量(单位 [g] 或 [mL])。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于参考物质测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)

... Samples 03.01.2012 - Position 12
选择编辑样品参数 12.04.2012 14:44

返回 上一个 下一个 新建

类型 控制空白

名称

方法 Standard Method

群组 Default

信息

最近修改 12.04.2012 14:01

创建者 Admin

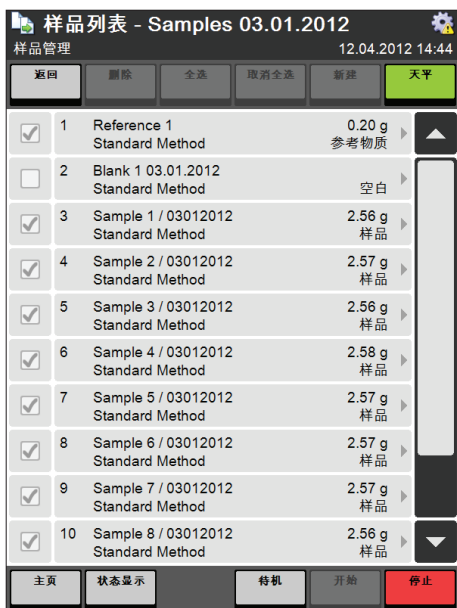
主页 状态显示 待机 开始 停止

对于控制空白型样品，

按下“名称”，输入控制空白结果名称。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于控制空白测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)



通过天平钮，可从一台相连接的天平获取样品重量：

- 通过全选按钮选择全部样品
- 按下天平 —— 所有空白和控制空白都会被自动取消选择 (对于空白无需重量)
- 将首个样品放在天平上，按下天平上的 **Enter** 从天平获取首个重量并进入列表中首个被检查的样品。
- 操作下一个样品
- 在获取所有样品重量后，会自动离开天平模式。

提示

也可使用条形码读取器，从条形码中读取每个样品的相关数据，如名称或重量。读入的数据将被自动填入激活的输入域中。

6.6.4 序列



仅当存在自动进样器并在以下设置中配置后，“序列”按钮才可用

仪器 ▶ 设置 ▶ 外围设备 ▶ 进样器存在

在正确安装并准备好进样器后，就可对采用单托盘或双托盘进样器进行测定的样品系列进行定义和预编程（通过一个序列）。

序列包含有多个步骤，用于对样品及必要系统任务（如预热、预运行、排空等）进行定义。

在序列内可采用以下类型的步骤：

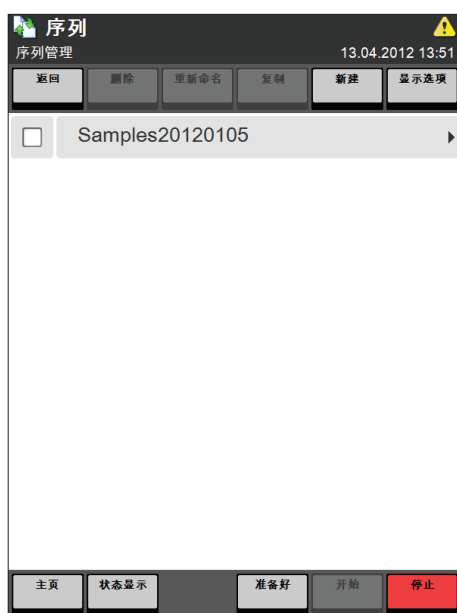
| 步骤 | 解释 |
|--------|---|
| 预热 | 预热程序根据以下设置来执行 系统准备 ▶ 预热 |
| 预运行 | 预运行程序根据以下设置来执行 系统准备 ▶ 预运行 |
| 样品架 4 | 为一个 4 位快捷样品架输入样品详细信息。对于双托盘进样器，可通过设置按钮选择托盘位置 (A 或 B)。 此步骤可在序列内进行编辑。 |
| 样品架 12 | 为一个 12 位样品架输入样品。对于双托盘进样器，可通过设置按钮选择托盘位置 (A 或 B)。 此步骤可在序列内进行编辑。 |

| | |
|-----------------------------------|---|
| 步骤 | 解释 |
| 样品架 20 | 为一个 20 位样品架输入样品。对于双托盘进样器，可通过设置按钮选择托盘位置 (A 或 B)。此步骤可在序列内进行编辑。 |
| 暂停 | 序列会中止运行，直到按下开始以继续。该步骤不能更改。 |
| 清洗 | 清洗程序根据以下设置来执行 系统准备 ▶ 清洗 |
| 排空 | 用于样品管和接收容器的排空程序会始终执行，除非所参照方法的排空参数设为否。(在这种情况下，测定过程会在采用相应方法测定完样品后停止。) |
| 添加 H ₃ BO ₃ | 该步骤用于电极防护。配制并将 50 mL 硼酸加入到接收容器中，使电极在仪器闲置期间始终保持浸没状态。该步骤不能更改。 |
| 待机 | 将仪器设为待机模式。 该步骤不能更改。 |

提示

一旦添加至序列中，步骤的顺序无法再更改，但步骤可随时删除并以不同顺序重新添加。若在一个序列内采用，预热、预运行及清洗任务始终“通过进样器”执行。即便这些任务在“系统准备”区内被设为“仅仪器”，该设置仍会被忽略。

一旦开始，一项序列内的所有样品均会按照进样器的工作顺序逐一自动测定。一旦已正确测定所有样品，就会在第二天从序列列表中删除每个序列。含有缺陷样品的序列不会被删除。



按下序列钮。

在序列项下，会显示进样器的全部序列列表。

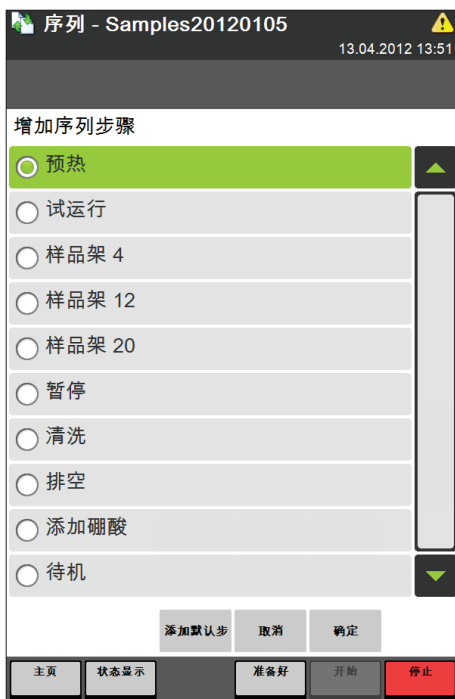
可通过新建创建新样品序列，并可删除、重命名或复制现有序列。

还可通过 USB 设备或网上邻居导入在另一台个人电脑上创建的样品序列。

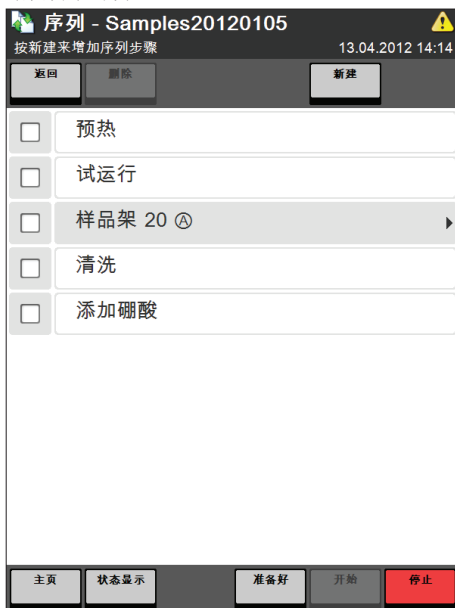
具有管理员权限的用户还可锁定和解锁样品序列。

提示

锁定的序列无法编辑，且无法开始测定样品序列。



(截屏拉伸)



按下**新建**可创建一个新样品序列。

在为新序列输入一个特定名称后，可将首个单一步骤或一组默认的 5 个常用步骤添加到新序列中(按下**添加默认**可添加默认组步骤或从列表中选择单一步骤并按下**确认**)。

可按下**新建**输入更多步骤。

提示

由于随后无法修改步骤顺序，应确保按照合理的顺序添加步骤。

要修改一个序列内的步骤顺序，您必须删除所选步骤并按照合理顺序重新添加。

提示

除了“样品架 4”、“样品架 12”及“样品架 20”

步骤外，在序列内没有可修改的步骤。(详细说明参见本章开头部分的表格。)

若在一个序列内采用，预热、预运行及清洗任务始终“通过进样器”执行。即便这些任务在“准备工作”项下的“系统准备”区内设为“仅仪器”，该设置仍会被忽略。



点击样品架步骤，调整样品架设置并将样品添加至样品架中。

按下设置，调节样品架设置：

“先测定空白” 是/否

(如果空白先被测定，则可将空白的交叉感染风险降至最低程度。)

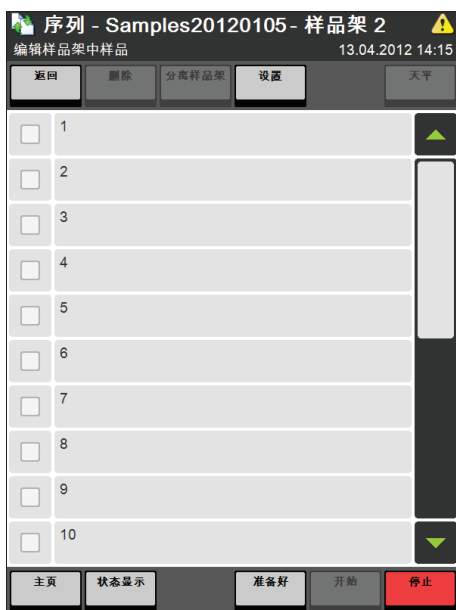
“计算空白后暂停” 是/否

“计算空白后暂停”功能使得具有操作人员权限的用户有机会消除计算中得出的缺陷空白测定(在通过所计算的空白校正任何样品测定前)。

第三项设置仅用于双托盘进样器：

“在进样器内使用托盘” A/B

定义 K-377 进样器中样品架的位置。步骤将标有 A 或 B。



通过单击各个位置，可在样品架的位置中逐个填入样品。

提示

使用按钮上一位置和下一位置，您可方便地在各个参数屏幕中将样品移动到上一/下一位置。这样，即可针对样品架中的所有样品轻松方便地调整各个参数。



每个样品的首个参数均为样品类型：

- 空白、
- 样品、
- 参考物质或
- 控制空白。

按下**新建**可在下一位置上输入一个所选类型样品，且无需离开屏幕。

按下**确定**，则样品被添加至实际位置，样品列表将再次显示。

(根据所选择的样品类型，可提供另一组不同参数。)



对于空白型样品，

按下“名称”，为空白结果输入一个名称。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于空白测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用**新建组**按钮创建一个新的结果组。)

| ...20120105- 样品架 20 @ - Positio | |
|---------------------------------|---------------------|
| 样品查看或编辑 13.04.2012 14:35 | |
| 返回 | 上一个 下一个 新建 |
| 类型 | 样品 |
| 名称 | Sample 1 13.04.2012 |
| 样品重量 | 1.2 g |
| 蛋白质因子 | 6.25 |
| 方法 | Standard Method |
| 群组 | Default |
| 信息 | |
| 最近修改 | 13.04.2012 14:31 |
| 创建者 | Admin |
| 主页 | 状态显示 准备好 开始 停止 |

对于样品型样品，

按下“名称”，输入样品结果名称。

按下“样品重量”，输入样品的重量(单位 [g] 或 [mL])。

按下“蛋白质因子”，为结果的测定输入蛋白质因子。

提示

也可使用条形码读取器，从条形码中读取每个样品的相关数据，如名称或重量。读入的数据将被自动填入激活的输入域中。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于样品测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)

对于参考物质样品类型，

按下“名称”，输入参考物质测定结果的名称。

按下“参考物质”，从列表中选择参考物质。

按下“样品重量”，输入样品的重量(单位 [g] 或 [mL])。

按下“方法”，从可用方法列表中选择用于参考物质测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)

| ...20120105- 样品架 20 @ - Positio | |
|---------------------------------|--|
| 样品查看或编辑 13.04.2012 14:35 | |
| 返回 | 上一个 下一个 新建 |
| 类型 | 参考物质 |
| 名称 | Reference 1 13.04.2012 |
| 参考物质 | NH ₄ H ₂ PO ₄ |
| 样品重量 | 1.3 g |
| 方法 | Standard Method |
| 群组 | Default |
| 信息 | |
| 最近修改 | 13.04.2012 14:32 |
| 创建者 | Admin |
| 主页 | 状态显示 准备好 开始 停止 |

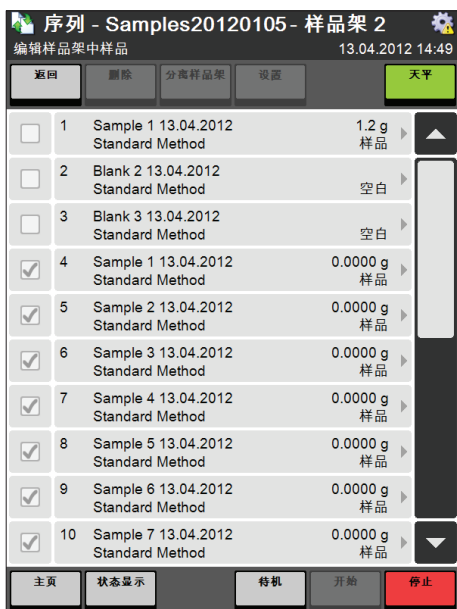


对于控制空白型样品，

按下“名称”，输入控制空白结果名称。

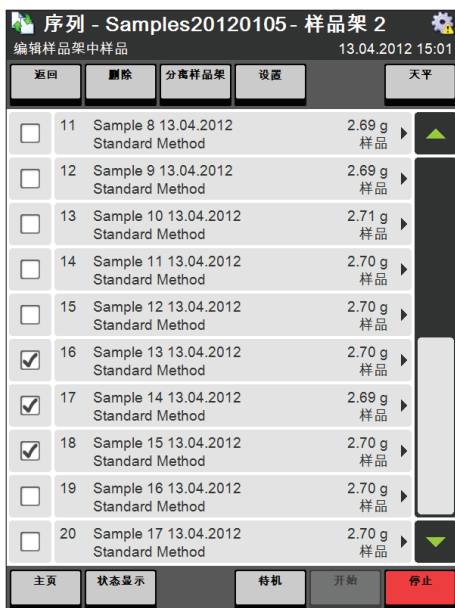
按下“方法”，从可用方法列表中选择用于控制空白测定的方法。

按下“组”，从可用结果组列表中为结果的存储选择一个结果组。(还可采用新建组按钮创建一个新的结果组。)



通过天平钮，可从一台相连接的天平获取样品重量：

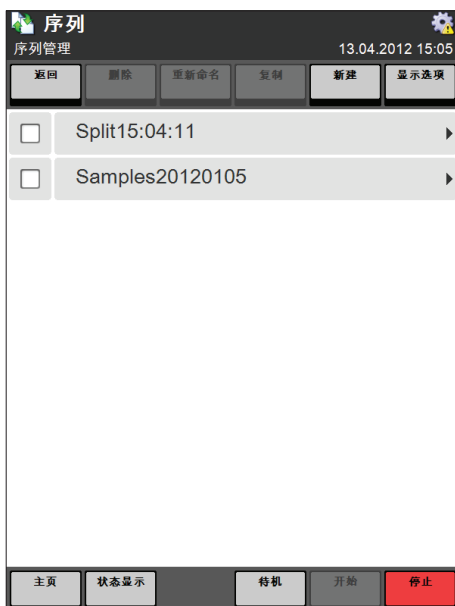
- 选择所有样品
- 按下天平 —— 所有空白和控制空白都会被自动取消选择 (对于空白无需重量)
- 将首个样品放在天平上，按下天平上的 **Enter** 从天平获取首个重量并进入列表中首个被检查的样品。
- 操作下一个样品
- 在获取所有样品重量后，会自动离开天平模式。



若必须立即对处理过程中的样品架中的某些样品进行测定，则可通过分离样品架功能完成。

按下**暂停**，停止对序列的测定。

立即选择要进行测定的样品，并按下**分离样品架**。



从序列中删除选定的样品，然后将其插入样品架同一位置的新建序列的样品架步骤中。

可启动新建的分割序列来测定快捷样品 —— 随后可继续测定前一序列。

提示

使用按钮“**编辑模式**”，可对运行序列中尚未处理的样品进行编辑。

6.7 结果

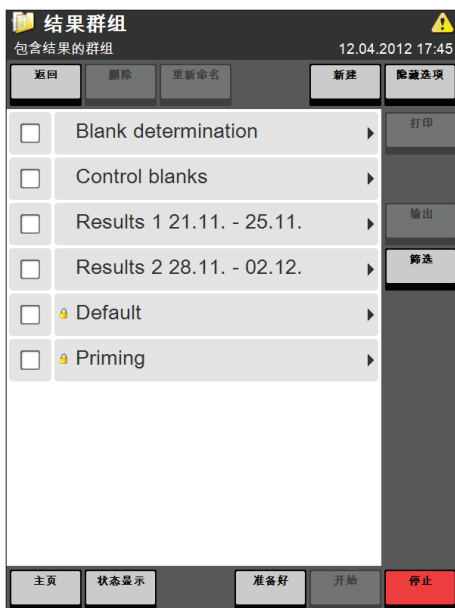
在结果区域，可执行所有与结果相关的任务（查看、打印和导出）。

6.7.1 结果组



顾名思义，结果组是指根据所得结果的特性对其进行分组并储存的文件夹。

在定义单个样品、样品列表和样品序列时设置的参数“组”时，其结果将被归入相应的“组”内。



“结果组”屏幕显示所有可用于储存结果的组。

具有管理员权限的用户可新建、重命名和删除“结果组”。具有操作员权限的用户只能创建新结果组。使用过滤器按钮，可根据组的名称和创建时间对结果组列表进行筛选：



将“组过滤器”设为开状态，对结果组进行筛选。如果您想根据创建日期或重命名日期对列表进行筛选，请选择“日期过滤”为是。

使用“组名包含”将部分组名设为过滤标准。

提示

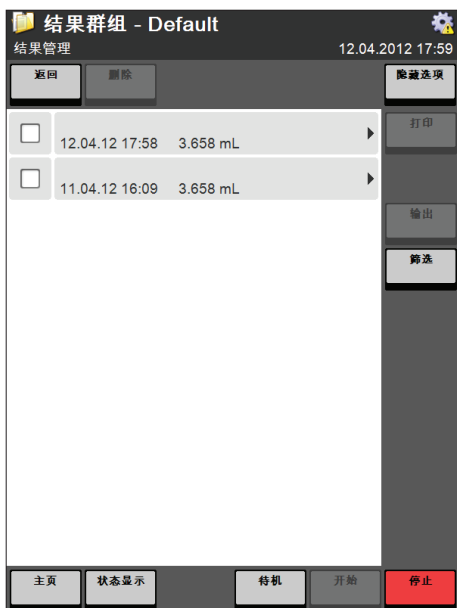
使用逻辑语言“与”对所有指定的过滤器进行关联。“与”指过滤器设置规定的所有条件必须使组与过滤器相匹配。

一旦设定好过滤器，将过滤器按钮切换至过滤器激活位置：



可对选定组的内容或选定结果进行打印（打印）或将其导出（导出）至 U 盘或网络文件夹中。进入设置 ▶ 导入和导出（见“6.9.1 设置”小节），定义指向网络文件夹及 U 盘目标目录的路径。

与结果组列表一样，可对特定结果列表进行过滤。输入样品组，设定样品过滤器：



按下过滤器，设置样品过滤器。



将“样品过滤器”设为开状态，然后对显示结果列表进行过滤。如果您想根据特定日期对列表进行过滤，选择“日期过滤”为是，并使用开始和结束日期规定时间段。

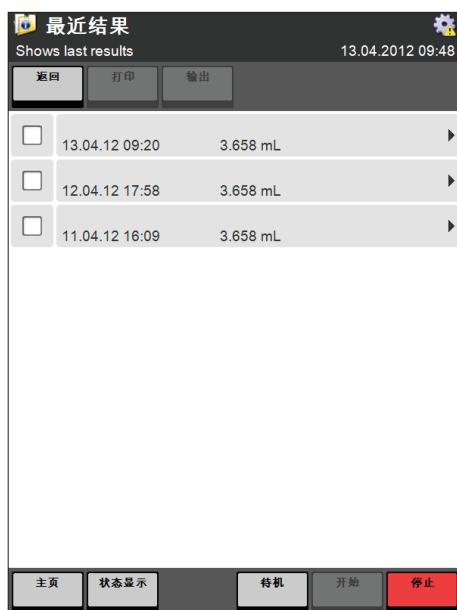
可将显示结果列表限定为一个或多个特定类型的结果 (空白、样品、参考、控制空白)。

提示

使用逻辑“与”对所有指定的过滤器进行关联。“与”指过滤设置规定的所有条件必须使组与过滤器相匹配。

6.7.2 最近结果

最近结果屏幕可显示系统最近的 40 条结果。



可打印 (详版或简版) 选定结果的样品报告。结果可导出到 U 盘或网上邻居。

提示

无论最终结果属于哪个结果组，都会显示出来。

点击单个结果，打开具体样品报告。



点击上一样品和下一样品，您可在所储存样品的样品报告中来回浏览。

6.7.3 空白校正



可打开并关闭空白校正。

主页 ▶ 空白校正 ▶ 设置



开 打开结果空白校正。

关 关闭结果空白校正，不再进行任何空白校正。

在“空白校正”主屏幕内可查看最新空白列表。通过在“设置”下调整参数“列表中的空白”，可确定该列表中显示的空白数量。



- 将少显示 10 个空白。

+ 将多显示 10 个空白。

最多可列出 90 个空白。

通常，在对自动修正结果所需要的变动值进行确认时，有四种不同可能性：

- 可测量空白值（类型：已测）。
- 可手动输入空白值（类型：手动）。
- 可将空白值作为任意选择的测量空白的平均值进行计算（类型：平均值）。
- 可通过系统自动确定空白值（类型：自动）。

当前针对结果校正的所使用的空白类型和数值通常会显示在状态视图的“结果”部分中：

显示状态 ▶ 结果（参见第 6.5.1 节）

输入手动空白

要手动输入空白值（例如，尚未使用仪器确定的空白值），请按以下步骤进行：

进入空白校正屏幕。

按下设置。



在空白校正设置中，

- 将“空白校正”切换至开
- 将“自动生成空白”切换至关
- 将“使用上一次测量的空白”选为否
- 点击**确定**，确认您的设置

按下手动

输入手动空白值的名称。
输入空白的体积（单位 [mL]）。
点击确定，确认您的设置。

输入的空白值现被自动选中，并显示在“空白校正”屏幕的空白列表中。
手动输入的空白列于类型为“手动”的空白列表中。

提示

如果您将“使用上一次测量的空白”选为是，则“空白”类型样品的下一测量值将用于校正所有后续的样品测定。仍将使用当前选定的空白值对直至下一空白测定的所有样品测定进行校正。

定义平均空白

可计算两个或两个以上测量空白值的平均空白值。要定义平均空白值，请按以下步骤进行：

进入空白校正屏幕。
按下**设置**。



在空白校正设置中，

- 将“空白校正”切换至开
- 将“自动生成空白”切换至关
- 将“使用上一次测量的空白”选为否
- 点击**确定**，确认您的设置

按下平均值

输入平均空白值的名称。



勾选计算平均值需要使用的测量空白值。

点击**确定**，确认您的选择。

计算后的平均值被自动选中。并在“空白校正”屏幕的空白列表中显示出来。

将平均后的空白列于类型为“平均值”的空白列表中。

提示

如果您将“使用上一次测量的空白”选为**是**，则将使用下一测量空白值校正后面所有的样品测定值。仍将使用当前选定的空白值对直至下一空白测定的所有样品测定进行校正。

自动空白测定

当开启自动空白测定时，将会对连续的测量空白值进行自动平均，并使用所得到的平均值对后面测量的样品进行校正。在测定一个或多个样品后，将下一测量空白（或者下一列测量空白的平均值）用作激活空白值，对后面的样品进行校正，直至测定下一个空白。

将自动测定的空白列入类型为“自动”的空白列表中。

进入空白校正屏幕。

按下设置。



在空白校正设置中，

- 将“空白校正”切换至开
- 将“自动生成空白”切换至开
- 将“监控空白限值”选为是 (可选)

通过定义上下空白限值，与平均空白值进行对比，设定每个空白的允许范围

- 点击**确定**，确认您的设置

当前激活的空白可在状态视图的结果显示中查看。

提示

如果您将“使用上一次测量的空白”选为是，则将使用下一测量空白值校正后面所有的样品测定值。仍将使用当前选定的空白值对直至下一空白测定的所有样品测定进行校正。

监控空白限值

打开“监控空白限值”功能后，定义允许范围（使用百分比定义上下限），以自动计算空白值。每个新测定的空白也在计算范围内，并与已计算的平均值进行对比。如果该空白值的偏差不在规定范围内，序列停止运行，并显示警告信息。

在用于样品校正之后更改自动计算得出的空白值

具有操作人员权限的用户不能更改任何计算得出的平均空白值，这些空白值早已用于进行结果校正。由于该程序可能会对计算结果造成影响，该选项仅限于具有管理员权限的用户可操作。每个随后更改的空白（用于样品校正后）都标有“*”。

6.8 测定参数

在该区域内,可写入使用 K-375 进行测定的方法,同时可定义和编辑像用于滴定法的参考物质或滴定液等资源。(一旦定义完成,在该方法内可引用这些资源。)

6.8.1 方法



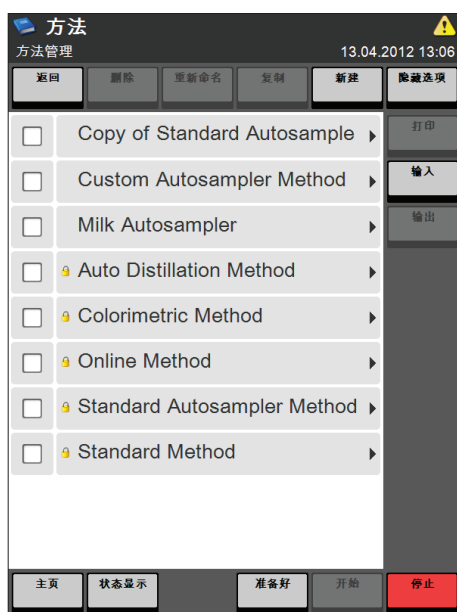
K-375 方法的结构非常灵活,在创造能够反映用户特殊需求的方法的过程中,提供了各种可能性。

每种方法包括 4 组不同的参数集:

- 样品蒸馏参数
- 样品滴定参数
- 样品测定参数 (计算结果)
- 排空参数

提示

方法不包括系统准备任务如单个样品测定或样品列表进行预热、预运行和清洗,这些任务在样品测定之前必须手动执行(参见“6.6.1 系统准备”小节)。在对完整样品架进行测定之前或之后,可在“样品序列”内定义系统准备任务的序列(使用进样器自动测定样品架)(参见“6.6.4 序列”小节)。



在“方法”屏幕内,可创建、删除、重命名、复制或打印方法。

使用新建按钮创建新方法。新方法的名称必须是唯一的。

使用导入和导出按钮(通过显示选项按钮访问),可从 U 盘或网络文件夹中导入方法或将其导出。

进入设置 ▶ 导入和导出,可设定指向网络文件夹和 U 盘目标目录的路径(参见“6.9.1 设置”小节)。

提示

标有挂锁的方法已预先定义,不能删除或修改。但是,可将其作为新方法进行复制和存储,并可进行修改。

方法 - Custom Autosampler Method 

设置方法参数 12.04.2012 16:30

[返回](#)

蒸馏参数

| | |
|--------|-------|
| H2O体积 | 80 mL |
| NaOH体积 | 90 mL |
| 反应时间 | 5 s |
| 蒸馏模式 | 固定时间 |
| 蒸馏时间 | 300 s |
| 蒸馏搅拌速度 | 5 |
| 蒸汽力度 | 100 % |

滴定参数

| | |
|--------|---|
| 滴定类型 | 硼酸滴定 |
| 接收溶液体积 | 60 mL |
| 滴定溶液 | H ₂ SO ₄ 0.25 mol/L |
| 传感器类型 | 电位 |
| 滴定模式 | 标准 |
| 测量模式 | 终点 pH |
| 终点 pH | 4.65 |
| 滴定搅拌速度 | 7 |
| 滴定开始体积 | 0.000 mL |
| 滴定算法 | 最佳 |

测定参数

| | |
|-----------|--------|
| 测定模式 | 标准 |
| 结果1单位(质量) | %N |
| 结果1单位(体积) | g N/L |
| 结果2单位(质量) | %Pr |
| 结果2单位(体积) | g Pr/L |

排空参数

| | |
|-------|---|
| 样品管排空 | 是 |
| 接收瓶排空 | 是 |

方法信息

| | |
|--------|------------------|
| 最后修改日期 | 12.04.2012 15:57 |
| 创建者 | Admin |

[主页](#)
[状态显示](#)
[待机](#)
[开始](#)
[停止](#)

(截屏拉伸)

方法的不同区域通过相应的标题相互分开。“方法信息”部分位于各个方法的底部，提供的信息包括方法的上一次修改日期和创建者。

蒸馏参数

使用蒸馏参数可对蒸馏的所有必要步骤进行调整。

第 1 步:用 H₂O 稀释

第 2 步:用 NaOH 溶液进行碱化

第 3 步:蒸汽蒸馏



步骤 1 和 2 的参数 (稀释和碱化)

点击“H₂O 体积”，指定样品稀释过程中应使用的水量。

点击“NaOH 体积”，指定样品碱化过程中应使用的氢氧化钠溶液的量。(无需指定仪器中氢氧化钠溶液的浓度。在 BUCHI 应用中，建议使用 32% 的 NaOH 溶液。

按下“反应时间”按钮，可指定碱化过程的反应时间。(同样在完成放热中和后，允许再次进行冷却)

步骤 3 的参数 (蒸汽蒸馏)

蒸汽蒸馏的模式可选为自动 (智能蒸馏) 或固定时间。

自动 (仅限电位滴定)：当首批氮到达接收器容器后 (表现是 pH 值增加)，开始对规定的蒸馏时间进行倒计时。加热时间为变量，不在蒸馏时间内。无论在冷却或预热仪器中进行，每次测量均会产生可靠结果。

建议含有 1 mg 以上氮的所有样品采用该模式。

自动模式不能用于比色滴定。

固定时间 (电位滴定和比色滴定)：在蒸馏开始的同时，对指定的蒸馏时间进行倒计时。使用冷却仪器进行测量时，所需加热时间相对较长，加热时间属于规定的蒸馏时间的一部分。

建议含有 1 mg 以下氮的所有样品采用该模式 (连同先前的预热和预运行步骤)。



选择“蒸馏模式”后，输入蒸馏时间、蒸馏期间的搅拌器速度以及蒸汽输出量 (用百分比表示，在 30% 至 100% 间)。

滴定参数

根据不同应用，可采用反滴定法或硼酸滴定法。BUCHI 推荐使用硼酸滴定法。

如果不用执行任何滴定，可将参数“滴定类型”选为无。使用电位传感器或比色传感器可执行硼酸滴定法，对于反滴定法只能使用电位传感器。



如果不用执行任何滴定，可将参数“滴定类型”选为“无”。



| ... of Standard Autosampler Method | |
|------------------------------------|---|
| 设置方法参数 | 13.04.2012 10:45 |
| 返回 | |
| 滴定参数 | |
| 滴定类型 | 反滴定 |
| 接收溶液 | H ₂ SO ₄ 0.25 mol/L |
| 接收溶液体积 | 60 mL |
| 滴定溶液 | NaOH 0.1 mol/L |
| 传感器类型 | 电位 |
| 滴定模式 | 标准 |
| 测量模式 | 终点 pH |
| 终点 pH | 4.65 |
| 滴定搅拌速度 | 7 |
| 滴定开始体积 | 0.000 mL |
| 滴定算法 | 最佳 |
| 主页 | 状态显示 |
| 准备好 | 开始 |
| 停止 | |

(截屏拉伸)

反滴定参数 (仅限电位滴定)

将参数“滴定类型”选为反滴定。

在反滴定过程中，将氨气收集至强酸接收溶液中。然后用强碱反滴定在中和氨气时没有消耗的残余酸。因此，需准确分配接收酸溶液的剂量，这一点很重要。

提示

必须将第二个外部定量装置连接到仪器上，使接收酸溶液的添加更加便捷。

接收溶液 (强酸) 和对应的滴定剂 (强碱) 可从滴定液列表中进行选择 (参见“6.8.2 滴定溶液”小节)。使用“接收溶液体积”参数，可输入接收溶液的具体体积。

另外，还可指定滴定过程中搅拌器的速度和开始滴定量。滴定前，将指定的开始滴定量加入接收容器中。

(反滴定过程中，不能更改传感器类型。)

通过参数“滴定算法”，可从两种可用算法中选一种算法：

最佳：根据滴定的持续时间和结果的精确度，已对这种算法进行了优化。对于氮含量非常低的样品的反滴定，推荐使用优化算法。

标准：根据结果的精确度，已对这种算法进行了优化，但所需时间比优化算法的时间长。对于氮含量高的样品以及使用高浓度 (例如，0.5 N) 滴定溶液时，推荐使用标准算法。



使用比色传感器的硼酸滴定参数

将参数“滴定类型”选为硼酸滴定。可指定加入接收容器中的硼酸量，并从滴定液列表中选择滴定溶液（参见“6.8.2 滴定溶液”小节）。

将参数“传感器类型”选为比色传感器。

可将“滴定模式”选为在线或标准：

在线：蒸馏运行时，滴定过程已开始。通过参数“滴定开始时间”，可定义滴定开始的延迟时间。建议设置 90 秒的延迟。

标准：蒸馏过程结束后开始滴定。

另外，还可指定滴定过程中搅拌器的速度和开始滴定量。当分析样品时，一旦滴定开始时，将指定的开始滴定量加入接收容器中

通过参数“滴定算法”，可从两种可用算法中选一种算法：

最佳：根据滴定的持续时间和结果的精确度，已对这种算法进行了优化。建议用于氮含量较高的样品。

标准：根据结果的精确度，已对这种算法进行了优化，但所需时间比最佳算法的时间长。对于氮含量低的样品以及使用高浓度（例如，0.5 N）滴定溶液时，推荐使用标准算法。

| 滴定参数 | |
|--------|---|
| 滴定类型 | 硼酸滴定 |
| 接收溶液体积 | 60 mL |
| 滴定溶液 | H ₂ SO ₄ 0.25 mol/L |
| 传感器类型 | 电位 |
| 滴定模式 | 标准 |
| 测量模式 | 终点 pH |
| 终点 pH | 4.65 |
| 滴定搅拌速度 | 7 |
| 滴定开始体积 | 0.000 mL |
| 滴定算法 | 最佳 |

(截屏拉伸)

使用电位传感器进行的硼酸滴定参数

将参数“滴定类型”选为硼酸滴定。可指定加入接收容器中的硼酸量，并从滴定液列表中选择滴定溶液 (参见“6.8.2 滴定溶液”小节)。

将参数“传感器类型”选为电位传感器。

可将“滴定模式”选为在线或标准：

在线：蒸馏运行时，滴定过程已开始。通过参数“滴定开始时间”，可定义滴定开始的延迟时间。

标准：蒸馏过程结束后开始滴定。

通过参数“测量模式”，可确定滴定终点测定方法。

起点：在蒸馏过程之前，通过测量接收容器中的硼酸，测定终点 pH 值。

终点：使用参数“终点 pH”，输入终点 pH 值。

另外，还可指定滴定过程中搅拌器的速度和开始滴定量。当分析样品时，一旦滴定开始时，将指定的开始滴定量加入接收容器中。

通过参数“滴定算法”，可从两种可用算法中选一种算法：

最佳：根据滴定的持续时间和结果的精确度，已对这种算法进行了优化。建议用于氮含量较高的样品。

标准：根据结果的精确度，已对这种算法进行了优化，但所需时间比优化算法的时间长。对于氮含量高的样品以及使用低浓度 (例如，0.5 N) 滴定溶液时，推荐使用标准算法。

测定参数

利用测定参数,可确定“测定”模式(标准或直接蒸馏)。

另外,在标准测定模式下,可选择两组结果单位(每组包括一个质量单位和一个体积单位)。

... of Standard Autosampler Method
设置方法参数 13.04.2012 13:20

返回

测定参数

测定模式 直接蒸馏

直接蒸馏因子 1.00

回归因子 1.00

排空参数

样品管排空 是

接收瓶排空 是

方法信息

最后修改日期 13.04.2012 13:20

创建者 Admin

主页 状态显示 准备好 开始 停止

点击“测定模式”,如果前面有消解过程,选择“标准”;如果前面无消解过程,选择“直接蒸馏”。

对于直接蒸馏,可指定附加因子和回归因子来进行结果计算。

提示

根据线性方程 $y = a \cdot x + b$ 计算直接蒸馏结果,其中, a 是直接蒸馏因子, b 是回归因子。

... of Standard Autosampler Method
设置方法参数 13.04.2012 13:20

返回

测定参数

测定模式 标准

结果1单位(质量) %N

结果1单位(体积) g N/L

结果2单位(质量) %Pr

结果2单位(体积) g Pr/L

排空参数

样品管排空 是

接收瓶排空 是

方法信息

主页 状态显示 准备好 开始 停止

通过点击“标准”测定模式,并从结果单位列表中选择对应的单位,可调整四个结果单位(质量和体积)。(参见“6.9.1 设置”小节)

排空参数

完成测定后,可自动将样品管和接收容器中的废液排出,并转移至对应的废液容器中。



点击“样品管排空”，选择是，开启样品管的自动排空模式。

点击“接收容器排空”，选择是，开启接收容器的自动排空模式。

提示

如果您选择自动排空样品管和/或接收容器并收集至废液桶，我们推荐使用液位探测器，用于探测对应的废液桶。在“设置 ▶ 外围设备”屏幕中，可对液位探测器进行配置（参见“6.9.1 设置”小节）。

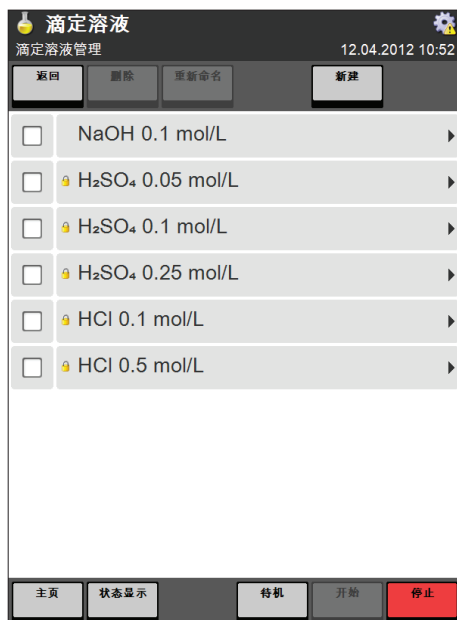
提示

不得排出含有较大颗粒物的样品，它们可能会导致阀门故障（泄漏和堵塞）。

6.8.2 滴定溶液



在菜单中可定义滴定过程中可能使用的所有滴定溶液。定义滴定溶液后,可直接引用并用于某种方法。



使用唯一名称创建新的滴定溶液，或删除或重命名现有滴定溶液。

提示

标有挂锁的方法已预先定义，不能删除或更改。只能调整这些溶液的“滴定度”！



对于每种溶液的摩尔浓度，可指定化学价因子和滴定度或当量浓度和滴定度 (对于后者，必须选择“根据当量浓度”)。

6.8.3 参考物质

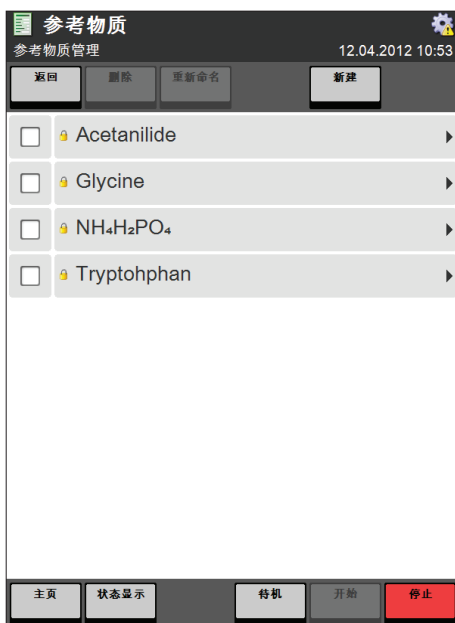


如果已定义参考物质及其理论值，仪器可自动计算其回收率。仪器还可定义回收率限值 (上下限)，如果超出这一限值，系统会拒绝结果。

提示

推荐的参考物质为磷酸二氢铵、甘氨酸、乙酰苯胺和色氨酸。关于参考物质的信息，请查看“3.5 参考物质”章节。

下面介绍了定义参考物质的必要步骤。



使用唯一名称创建新的参考物质，或删除或重命名现有参考物质。

提示

标有挂锁的参考物质已预先定义，不能删除或更改!

| 参考物质 - NH ₄ H ₂ PO ₄ | |
|---|--|
| 设置参考物质参数 12.04.2012 10:53 | |
| 返回 | |
| 名称 | NH ₄ H ₂ PO ₄ |
| 理论值 | 12.18 |
| 理论值单位 | %N |
| 回收率下限 | 98.00 % |
| 回收率上限 | 102.00 % |
| 参考物质信息 | |
| 最后修改日期 | 01.01.2011 00:00 |
| 创建者 | BÜCHI |
| 主页 状态显示 待机 开始 停止 | |

可对每个参考物质的氮含量理论值进行描述。可自由定义该数值的单位。

提示

可在“设置 ▶ 结果单位”下定义其它单位（参见“6.9.1 设置”小节），随后从“参考物质”对话框内进行选择。

6.9 设备

“仪器”区提供访问所有与仪器相关的任务权限，如：

- 调整系统设置、
- 执行系统诊断、
- 使用实用工具，如数据库备份和实验室定时器
- 仪器登录/退出
- 打印所有相关的仪器设置

6.9.1 设置



概述

通过以下表格，可查看所有仪器设置，这些设置可通过“设置”屏幕进行调整。

| 图标 | 对话框 | 描述 |
|---|----------|--|
|  | 区域设置 | 调整语言、键盘布局以及时间和日期格式。 |
|  | 日期和时间 | 设置系统的日期、时间和时区。 |
|  | 显示和声音 | 调整显示和声音设置。 |
|  | 结果单位 | 选择或定义结果单位。 |
|  | 状态视图下的配量 | 在 H ₂ O、NaOH 和 H ₃ BO ₃ 状态视图下定义直接配液的增量。 |
|  | 外围设备 | 对现有的外围设备进行配置，如液位传感器、进样器、天平和打印机。 |
|  | 网络 | 调整网络设置。 |
|  | 导入与导出 | 为数据导入和导出设置路径（USB 或网络） |
|  | 用户管理 | 创建用户并指定用户权限。 |
|  | 设备信息 | 查看仪器信息，如硬件和软件版本。 |
|  | 检修信息 | 设置和重置检修间隔，查看检修信息。 |

区域设置



从提供的 7 种可用语言中选择您的语言：英语、德语、法语、西班牙语、意大利语、中文和日语。

切换至您首选的键盘布局：英语、德语或法语。

日期的格式可在“月，日，年”，“日，月，年”或“年，月，日”间切换，使用斜杠、句点或连字符作为分隔符。

时间可显示为 12 小时制或 24 小时制。

日期和时间



设置日期和时间，并选择您所在的时区。

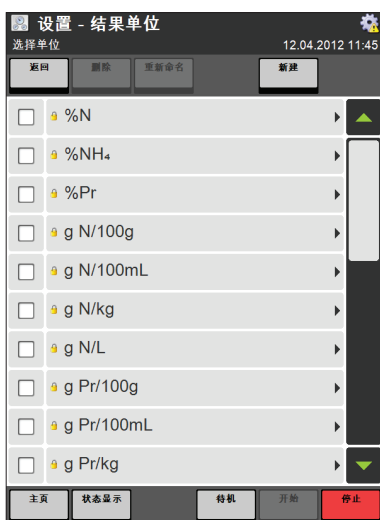
显示和声音



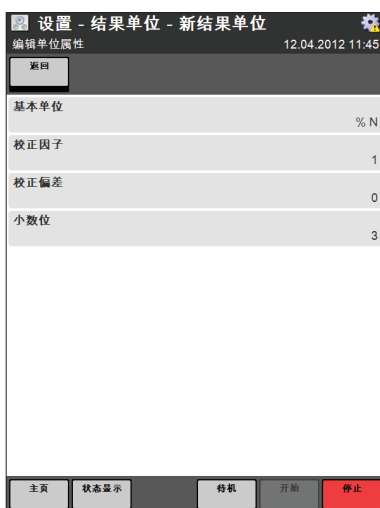
调整显示屏亮度，并设置关闭时间 (屏幕保护程序)。

设置音量，并选择是否启用触摸确认音或确认通知结束提示音。

结果单位



使用**新建**创建新单位，并使用新的唯一名称进行保存。



为新单位计算选择一个基本单位，可选择：g N/L、% N、g Pr/L 或 % Pr
(N = 氮含量，Pr = 蛋白质含量)

输入修正系数和/或校正偏移 (如有必要)，并选择首选小数位数。

(按照线性方程 $y = a \cdot x + b$ 计算结果，其中 a 由修正系数提供，b 由校正偏移提供。)

状态视图下的配量



在状态视图下设置 H₂O、NaOH 和 H₃BO₃ 的直接配量增量，单位为 [mL/点击]。(每次点击相应的配液按钮，即会添加指定的 mL 量。)

外围设备



将所有现有外围设备选为是：

- 接收器废液容器的液位传感器
- 样品管废液容器的液位传感器
- 进样器
- 天平
- 冷却装置
- 打印机

提示

不同于 H₂O、NaOH 和 H₃BO₃ 试剂桶中的液位传感器，废液容器的液位传感器必须激活！

如果有冷却装置连接到 K-375，则务必将“已使用冷却装置”选为“是”，确保冷却水阀持续打开。



如果将进样器连接到仪器上，选择类型 (单托盘选 K-376，双托盘选 K-377)，并启动或禁用进样器的自动清洗功能。



如果天平与仪器相连，应指定天平的通信设置。

- 波特率
- 数据位 (7 位或 8 位)
- 奇偶校验 (无、奇校验或偶校验)
- 停止位 (1、1.5 或 2)

提示

关于单个参数的详情，请参见天平操作手册。



如果将冷却装置连接到仪器，将省去冷却水控制。

如果未连接冷却装置，可将冷却水流速模式设为手动 (特定流量) 或自动。在自动模式下，测量冷却水的温度，并根据水温调整体积流量。



如果有打印机连接到仪器 (兼容 HP PCL®)，则选择打印机端口 (网络或 USB 打印机)、纸张格式和颜色模式 (单色、CMY 或 CMYK)。

另外，必须指定网络打印机的 IP 地址。

提示

若无打印机可用，您可选择 Adobe® PDF 作为打印机类型，然后数据以 pdf 文件的形式被存储在 U 盘中。

网络



连接到网络后，您可以为仪器指定名称，以便在网络内进行识别。

IP 地址可通过 DHCP 自动获取 (选择是)，或者连同子网掩码一起手动输入。

提示

关于网络连接的更多详情，请参见文档“K-375 网络连接手册” (该手册可从任何一位授权 BUCHI 代表那里获取)。

导入和导出



指定手动或自动数据储存的对象。您可选择一个 USB 设备或网络目录或者两者并用：

- 选择“使用 USB 设备”为是，将数据存储至 USB 设备。
- 选择“使用网络数据共享”为是，将数据存储至网上邻居。
- 每次样品测定后要想自动导出数据，则选择“自动导出结果”为是。

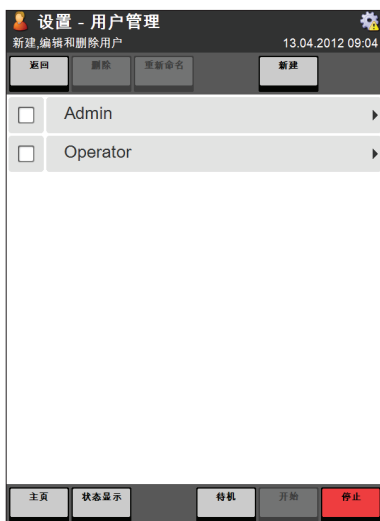
使用“导出测试”，可检查设置的有效性。

提示

在对网络设置进行配置时，可能需要公司 IT 专家的帮助！

结果将以 xml 格式从 K-375 导出。大多数 LIM 系统都能处理这种格式。如果需要关于数据格式的更多详情，请参见文档“K-375 数据导出手册”（该手册可从任何授权 BUCHI 代表那里获取）。

用户管理

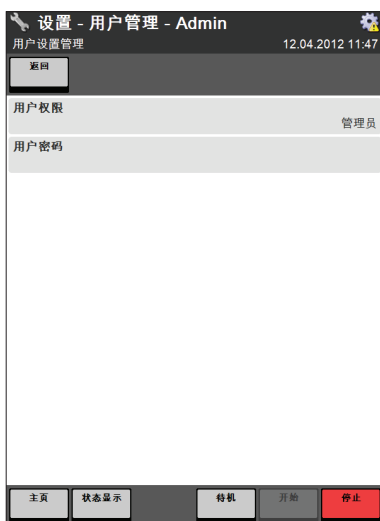


创建、删除或重命名用户。为每个用户分配用户权限。

提示

首次创建的用户必须为“管理员”类型。在配置完不同用户后，“用户管理”为激活状态，退出功能在主页屏幕上可见。

一旦创建用户账户后，系统将自动创建缺省“BUCHI 管理员”账户。当所有拥有账户的用户都忘记密码时，可使用该账户。该缺省管理员账户的密码(四位代码，每天更改一次)可从任何一位授权 BUCHI 代表那里获取。



可为用户分配两种不同类型的权限。

- 管理员 (无限制)
- 操作员 (仅限与系统日常操作密切相关的任务和设置)

另请参见“6.3 用户概念”小节。

仪器信息



可查看系统硬件和软件的相关信息。

不能更改任何设置。

检修信息



如果显示的消息指示了仪器检修的必要性，则选择开启“检修通知”。在同一对话框内，在“通知选项”下，可确定相关标准(下一次检修日期、两次检修间执行的测定次数或两者都有)。如果满足某项特定标准，状态视图的信息显示屏上会出现通知信息(另见“6.5 状态视图”小节)。

如果两个标准都选，根据先满足的标准显示通知信息。

(显示了总测定次数、上一次检修日期以及自上一次检修起执行的测定次数，以供参考。)

6.9.2 实用工具



仪器软件中包含三个不同的实用程序。

- **数据库管理:** 对完整的仪器数据进行备份并重新储存 (设置、方法、资源、结果等)。
- **实验室计时器:** 使用声报警创建倒计时器。
- **演示模式:** 在演示模式下使用仪器 (不用任何化学物质)。

数据库管理

可将数据库备份储存在 USB 设备上或网络目录上或者两者并用。

- 选择“使用 USB 备份仪器”为“是”和/或“使用网络备份共享”为“是”。
- 指定 USB 和/或网络目录的路径。

使用网络共享时，必须规定 IP 地址、名称、域名以及用户名和密码。

提示

在对网络设置进行配置时，可能需要公司 IT 专家的帮助！



实验室计时器

- 创建或删除定时器并定义倒计时时间。
- 启动或停止选定的定时器。

提示

当达到倒计时时间，会有报警声音响起。按下“停止”键（不要按红色停止钮，这会停止所有仪器进程），会结束报警声音。报警音量可在“显示和声音”中调节。（参见“6.9.1 设置”小节）



演示模式

选择开启，切换到演示模式；选择关闭，离开演示模式。

提示

在演示模式下，请勿使用或添加任何化学物质，只能模拟测定。

仪器关闭后，演示模式自动取消激活。

6.9.3 诊断



在系统诊断中，可对所有的系统组件如阀门、泵、传感器和开关或风扇的实际状态进行检查。

每一项都会显示在列表中，如果当前为激活状态，其前面会出现绿点。

使用按钮“检修模式”，可切换至检修模式，将每个系统组件设为工作状态，并检查它是否运行正常。

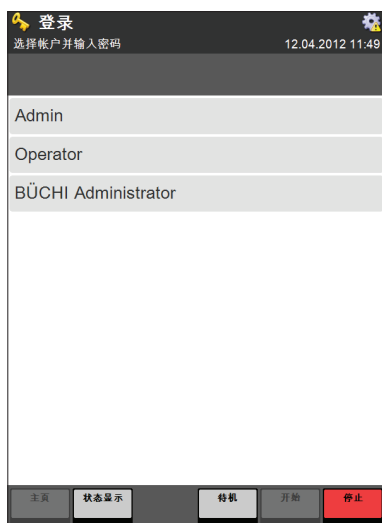
提示

只有具有管理员权限的用户才可以进入诊断对话框。（对于具有操作员权限的用户，诊断区为“只读”）。

小心

当检修模式被激活后，某些安全相关的功能被停止。因此执行单测试功能是操作员的责任。一旦留下诊断菜单，检修模式立即关闭。

6.9.4 退出



点击**退出**后，当前用户自动退出，然后显示登录屏幕。

要想登录系统，点击一个当前用户，并输入相应的密码 (如果对该用户规定了密码)。

提示

每个具有操作人员权限的用户均可在“用户管理”设置中更改自己的密码 (参见“6.9.1 设置”小节)

。

7 维护

本章对要执行的维护工作进行了说明，使仪器在良好的工作环境中工作。

| | |
|---|--|
|  | <p>警告</p> <p>接触高压电将导致重伤或死亡。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 所有需要打开或拆除仪器盖子的维护和维修工作，只能由接受过训练的人员使用特定工具执行。 · 在对仪器进行维护前，关闭电源并拆除所有的可燃蒸汽源。 · 在关闭仪器并拔掉电源后，才能打开产品的外壳。关闭后让仪器冷却至少 30 分钟。 · 在正确关闭外壳前，可能无需将仪器重新连接至电源。 |
|  | <p>危险</p> <p>存在腐蚀品化学烧伤或有害化学品中毒的危险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 在对仪器进行维护时，通常要穿戴保护设备如护目镜、防护服和手套。 |
|  | <p>小心</p> <p>高温表面灼伤风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 在操作完成后，执行任何维护工作前，同样需对仪器进行冷却。 |
|  | <p>小心</p> <p>高温表面灼伤风险。蒸汽发生器在工作过程中变热。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 在操作完成后，打开检修门前，通常要对仪器进行冷却。 |

若要使 KjelMaster/KjelSampler 系统 (K-375 / K-376 或 K-375 / K-377) 或单独的 KjelMaster K-375 (单机) 保持良好的工作状态，必须遵守相关指令说明。同样包括定期清理和检查可能的伤害。

每次维修后，根据 EN ISO8655 第 3 和 6 部分，必须验证测量 —— 技术可靠性。

如果干扰、故障或其它缺陷很明显，必须立即执行维护工作。

7.1 日常维护

7.1.1 样品测定前（电位滴定）

- 从储存盖上拆掉电极（储存盖可被安装在外壳前部的电极座上），并将其放入接收容器中。
- 清洗滴定管（路径：系统准备 ▶ 滴定管功能 ▶ 滴定管功能“配液”）。
- 使用新鲜的缓冲溶液对 pH 电极进行校准，同见“6.6.1 系统准备”小节。
- 预运行系统（路径：系统准备 ▶ 预运行），另请参见“6.6.1 系统准备”小节。
- 将 pH 电极浸入测量介质中，溶液至少到隔膜的位置。

提示

开始分析前，所有的玻璃部件必须是热的。因此，当两次测定间隔超过 15 分钟时，必须预热系统（路径：操作员、系统准备、预热）。

不必在样品间进行清理，除非在防喷溅保护器中发现样品沉积物。（路径：系统准备 ▶ 清洗）。

7.1.2 样品测定前（比色滴定）

- 将保护网安装到比色传感器上，并将其置于接收容器中。
- 清洗滴定管（路径：系统准备 ▶ 滴定管功能 ▶ 滴定管功能“配液”）。
- 预热系统（路径：系统准备 ▶ 比色传感器 Setpoint ▶ Setpoint 前预热，另请参见“6.6.1 系统准备”）。
- 按照章节“6.6.1 系统准备”中的描述执行 Setpoint 测定（路径：系统准备 ▶ 比色传感器 Setpoint）。
- 预运行系统（路径：系统准备 ▶ 预运行），另请参见章节“6.6.1 系统准备”。
- 将传感器浸入测量介质中，溶液至少到测量单元的位置。

提示

开始分析前，所有的玻璃部件必须是热的。因此，当两次测定间隔超过 15 分钟时，必须预热系统（路径：系统准备 ▶ 预热）。不必在样品间进行清理，除非在防喷溅保护器中发现样品沉积物。（路径：系统准备 ▶ 清洗）。

7.1.3 样品测定后

使用清洗程序和/或手动对系统进行清洗。



- 使用进样器 K-376 / K-377 对样品进行测定时，通过软件可为每一序列增加清洗步骤。在创建新序列时如果您选择“添加默认”，会在序列的样品架测定步骤后自动添加清洗步骤。
- 但是，如果您没有根据默认步骤创建新序列，使用新建按钮可随时添加清洗步骤。

- 用蒸馏水将电极清洗干净，不要擦拭，要小心地吸掉多余的水滴。

提示

300 mL 的样品管用 150 mL 的蒸馏水对其进行清洗。

500 mL 的样品管用 300 mL 的蒸馏水对其进行清洗。

改变水量的路径：系统准备 ▶ 清洗 ▶ H₂O 体积。

- 将 pH 电极放入储存盖内（pH 电极必须存放在饱和 KCl 溶液 (4.2 mol/L) 中）。

7.1.4 pH 电极 / pH 校准

储存

pH 电极必须存放在饱和 KCl 溶液 (4.2 mol/L) 中。

提示

pH 电极不得干燥存放，这会损坏隔膜。如果将 pH 电极干燥存放，需在进一步使用前让其在饱和 KCl 中还原 24 小时或至少隔夜。切勿触摸电极尖端，不要使用棉纸或布擦拭。

校准

根据电极附加页中描述的建议，对电极进行处理。

在开始样品测定之前，每天对电极进行校准。

如果在 25 °C 室温下电极无法再达到以下标准，我们建议更换电极：

- 斜率 95 – 105 %
- 零点 pH 6.4 – 7.6

对于并非由 BUCHI 提供的 pH 电极，附加标准可能十分重要。

提示

建议使用 pH 4.00 和 7.00 缓冲液。

在使用完后，应报废缓冲液。每天均采用新鲜溶液。

| 参数 | 值 |
|------------|----------|
| 校正类型 | 2点校正 |
| 缓冲液 1 pH | 4.00 |
| 缓冲液 2 pH | 7.00 |
| 缓冲液温度 | 25.0 °C |
| 缓冲液电压传感器 1 | 168.0 mV |
| 缓冲液电压传感器 2 | 0.0 mV |
| 斜率 | 100.00 % |
| 零点pH | 7.00 |
| 校正 | 通过 |
| 斜率下限 | 95.00 % |

欲校准 pH 电极

- 选择“系统准备 ▶ 校准 pH 电极”
- 根据您的需要调整所有参数
- 按下开始，遵循软件提供的 SOP。

关于所有可用参数的细节，请查看“6.6.1 系统准备”小节。

7.1.5 在测定完样品架最后的样品后，将硼酸加入接收容器中 (仅限电位滴定)

在默认状态下，pH 电极必须存放在饱和 KCl 溶液中。电极在空气中放置很长时间，会降低其使用寿命。

如果没有机会清洗电极并将其存放在 KCl 溶液中，我们建议在测定完最后的样品后将硼酸加入滴定容器中。

在每个序列最后，可将硼酸加入接收器中：



在创建新序列时如果您选择“添加默认”，配量步骤会被自动加入序列中。

但是，如果您没有根据默认步骤创建新序列，可使用新建按钮随时将配量步骤加入序列中。

要手动添加硼酸剂量，可使用状态视图中提供的“配液”按钮（参见“6.5 状态视图”小节）。

7.1.6 样品管清洗

注意

有损坏样品管的危险。

机械冲击或温度骤变可能会损坏样品管。

1. 不要用冷水冷却样品管。
2. 不要将样品管和样品架放在冷表面上。

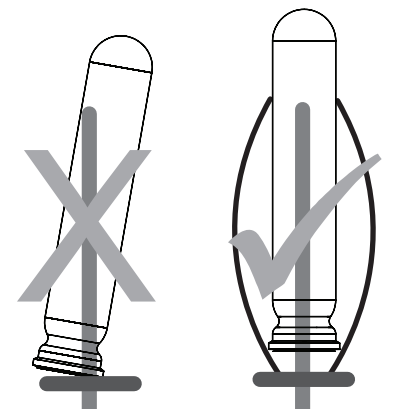


图 7.1：清洗单个样品管

单个样品管

- 将样品管放入清洗槽中，以免损坏。
- 确保将样品管正确安放在洗涤槽中，以防止损坏。

提示

处理期间，有刮痕或缺口的样品管可能会破裂。

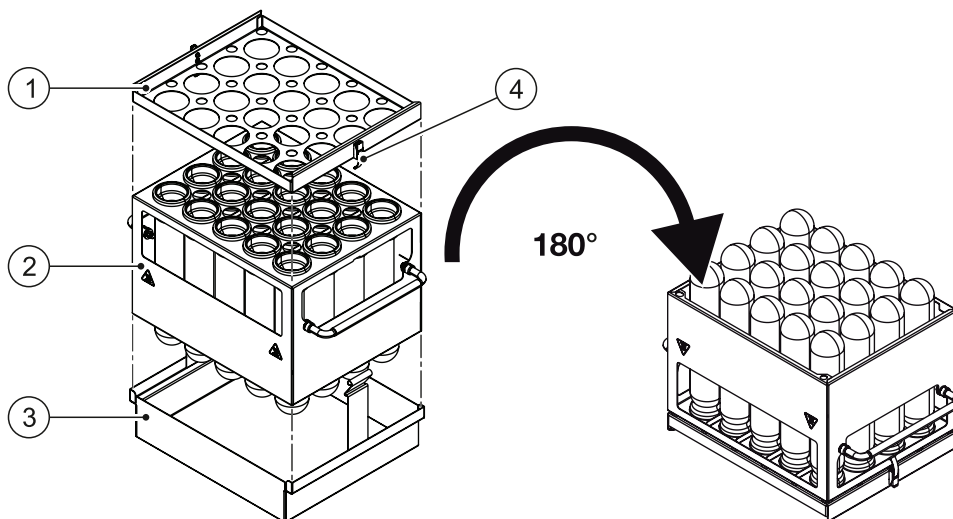


图 7.2: 清洗样品架中的样品管

提示

要将样品管和样品架一起放入清洗槽中清洗，需要用到附加附件。

- 将样品管和样品架 ② 放到样品架台 ③ 上。
- 安装支撑板 ①，用 2 个卡条 ④ 将其锁定，以固定样品管。
- 翻转样品架，将其放入洗涤槽中。

7.2 每周维护

7.2.1 清理外壳

外壳由聚氨酯制成。

您可用水对其进行内外清理。使用有机溶剂（乙醇除外）可能会造成损坏，因此不建议使用。外壳可以稍耐酸飞溅液，但只能维持很短的时间，因此必须立即用水将其清除，避免着色。

7.2.2 清理滴定仪

- 使用常见的家用清洗剂，用一片湿布对滴定装置的外壳进行清洗。
- 对底部和后侧进行干燥处理。在任何情况下液体都不能进入滴定装置中。

7.2.3 清理配液装置的玻璃部件

请查阅手册中配液装置的清洗说明。清洗完毕并完全干燥后，肉眼检查每个部件是否存在缺口和裂缝。

7.2.4 清洗进样器滴管 KjelSampler

小心地取出滴管，使用一般家用清洗剂进行清洗。之后使用蒸馏水冲洗干净。进样器头和密封件可使用湿布清洁。

提示

要拆除滴管，先要从进样机托盘上拆掉样品架，将进样器臂移至检修位置：系统准备 ▶ 进样器功能 ▶ 移至检修位置。重新装上滴管后，按下“移至零位”。

7.2.5 仪器监控

需要测量/检查仪器时, 使用参考物质进行氮测定。我们建议使用以下参数作为标准应用。
检查蒸馏和滴定程序的参数 (使用磷酸二氢铵):

| | |
|--------------|---|
| 检查: | 蒸馏和滴定 |
| 参考物质: | 磷酸二氢铵最低 99.5% |
| 氮含量: | w =0.1218 (12.18 %) |
| 原样品重量: | 200 mg |
| 接收溶液: | 硼酸 4 %, 可调整到 pH 4.65 (使用 NaOH) |
| 滴定溶液: | 0.2 N (HCl 或 H ₂ SO ₄) |
| 测定方法: | 标准 |
| 空白值的数量: | ≥ 3 |
| 可接受的 RSD 空白: | ≤ 5 % |
| 样品数量: | ≥ 3 |
| 参考物质可接受的回收率: | 99.5 ...102 % |
| 可接受的 RSD: | 1 % |

使用甘氨酸检查消解、蒸馏和滴定过程的参数。

| | |
|---------------|---|
| 检查: | 消解、蒸馏和滴定 |
| 参考物质: | 甘氨酸 (99.7 %) |
| 分析前干燥: | 8 小时 105 °C |
| 氮含量: | w =0.1866 (18.66 %) |
| 原样品重量: | 200 mg |
| Kjeldahl 催化剂: | 含钛 BUCHI 凯氏定氮片 |
| 催化剂用量: | 2 片 |
| 硫酸含量 98%: | 15 mL |
| 消解温度: | 参见 BUCHI 应用说明书 |
| 消解时间: | 参见 BUCHI 应用说明书 |
| 接收溶液: | 硼酸 4 %, 设置为 pH 4.65 (使用 NaOH) |
| 滴定溶液: | 0.2 N (HCl 或 H ₂ SO ₄) |
| 测定方法: | 标准 |
| 空白值的数量: | ≥ 3 |
| 可接受的 RSD 空白: | ≤ 5 % |
| 样品数量: | ≥ 3 |
| 可接受的回收率标准: | 99.5...102 % |
| 可接受的 RSD: | 1 % |

7.2.6 清洗比色传感器和保护网

- 使用蒸馏水彻底淋洗传感器和保护网
- 只可使用柔软纸巾擦拭镜面, 并确保镜面上没有异物, 因为这可能会使表面划伤
- 当保护网变形时进行更换

7.3 月度维护

7.3.1 泵校正

建议以方法中使用的相同的量对泵进行校准。
在校准过程中, 需要使用一个刻度量筒。

举例, H₂O 泵



路径: 系统准备 ▶ 泵校准

- 选择“泵”类型为 H₂O。
- 在参数“配量”中输入配好的剂量 (如 50 mL)。(在“校准体积”下显示的通常是上一次测量的体积)
- 按下开始, 开始加注 H₂O。



- 将配好的量转移到量筒中, 测量具体数值, 并在屏幕上输入“校准体积 [mL]”。



显示的“校准体积”值随即更新。

提示

重复该过程，直至输入量与配量一致。50 mL 条件下允许差异为 ± 5 mL。
 可将 H₂O 和 NaOH 分配至样品管中，然后倒入一个量筒。
 可将 H₃BO₃ 直接分配至接收容器中，然后倒入一个量筒。

7.3.2 检查馏出量

- 进行预热 (3 次)，使系统在执行测试之前是热的。
- 使用以下参数创建新方法：

| | |
|----------------------|-------|
| H ₂ O 体积： | 0 mL |
| 氢氧化钠体积： | 0 mL |
| 反应时间： | 0 秒 |
| 蒸馏模式： | 固定时间 |
| 蒸馏时间： | 300 秒 |
| 蒸馏期间的搅拌器速度： | 5 |
| 蒸汽输出： | 100 % |
| 滴定类型： | 无 |
| 样品管排空： | 是 |
| 接收容器排空： | 否 |

- 使用空样品管和空接收容器运行方法。
- 使用刻度量筒测量接收容器中的馏出量。

提示

根据上述参数，馏出量必须 ≥ 130 mL。

7.3.3 检查滴定管

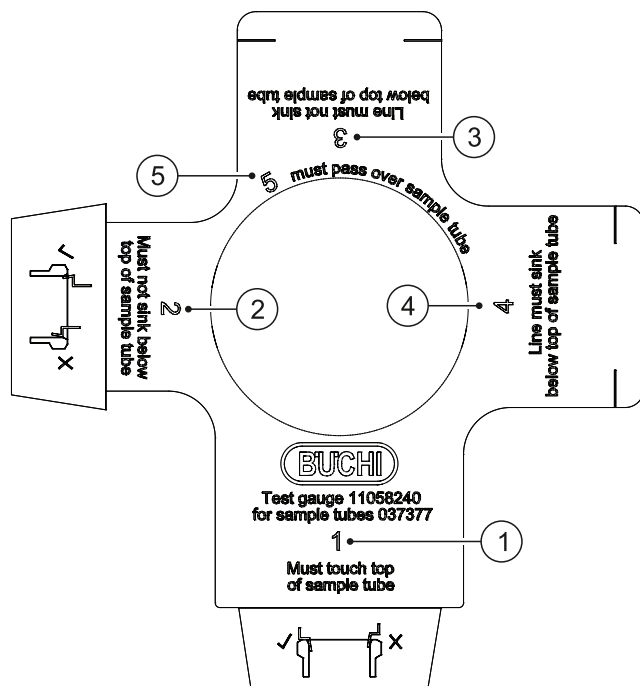
检查所连的滴定管，尽早发现损坏。
 根据 EN ISO 8655 第 3 和第 6 部分进行测试。

7.3.4 检查滴定仪

如果在出现腐蚀情况的环境中使用滴定装置，要检查电触点（插头、搅拌器）是否出现腐蚀和机械损坏现象。控制软管、螺纹接口和密封处是否出现可见损坏、污染和泄露现象。如果怀疑溶液对玻璃的损害很大，必须相应地缩短维护间隔。

7.3.5 检查样品管

样品管会磨损破裂，特别在受到 NaOH 的影响以及在洗碗机中清洗时。为避免蒸馏时发生泄漏，建议使用附带的检验规检查每个样品管，挑出所有不达标的样品管。按照检验规的说明执行所有五项测试。



- | | |
|-----------------|-----------------|
| ① 必须接触样品管顶部 | ④ 线必须下降至样品管顶部以下 |
| ② 不得沉入样品管顶部以下 | ⑤ 必须在样品管以上 |
| ③ 线不得下降至样品管顶部以下 | |

图 7.1 样品管检验规

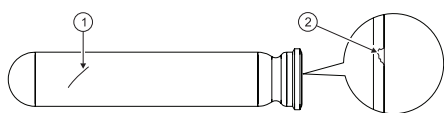
提示

新样品管应在使用三个月后进行第一次检查。之后每个月检查一次。

检查所有玻璃零件是否有刮痕 ① 或缺口 ②：

提示

测定期间，有刮痕或缺口的样品管可能会破裂：



结果

玻璃零件无损坏迹象。

玻璃零件正常。

玻璃部件有划痕 ① 或缺口 ②。

更换损坏的玻璃零件。

7.4 半年维护

7.4.1 K-375 样品管和防喷溅保护器之间的密封

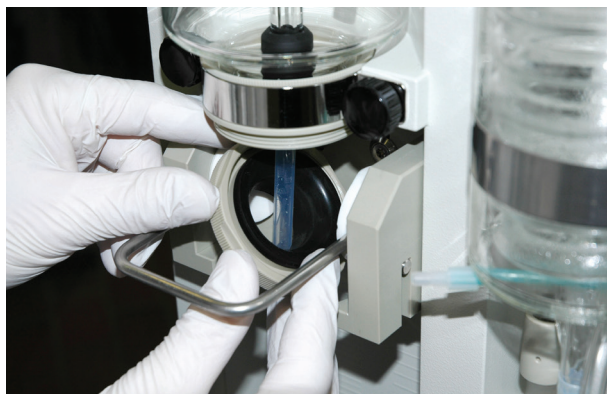
我们建议每半年更换一次防喷溅保护器上的橡胶密封件（与样品管连接），以免发生泄漏。



- 使用仪器标配的开口扳手 (11058252), 松开固定密封件的螺丝帽。




- 用手旋开螺丝帽。



- 小心取下螺丝帽，使密封件脱离仪器，然后同时更换密封件和内部固定环。
- 按相反顺序重新装配。


提示

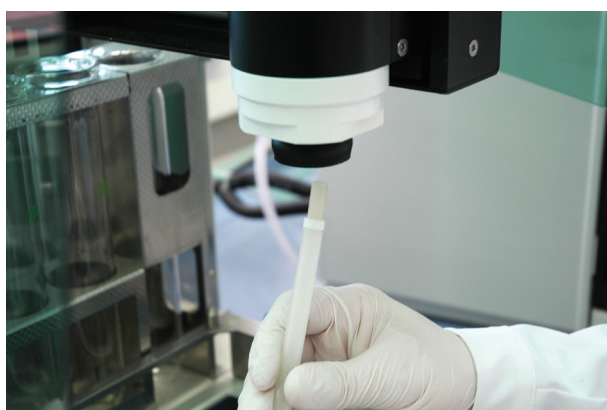
根据样品处理量和仪器保养情况，可能需要缩短该密封件的更换间隔。至少应在大约 1500 次蒸馏之后进行更换。

| | |
|---|---|
|  | 注意 |
| | 固定螺丝拧得过紧，可能会损坏仪器。 <ul style="list-style-type: none"> · 只能用手拧螺丝帽。 |

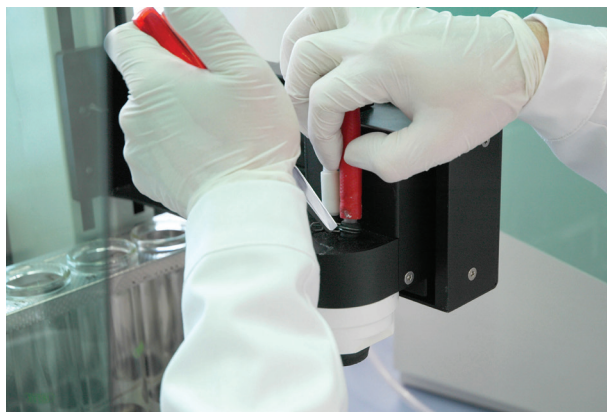
7.4.2 K-376 / K-377 滴管和密封盖

密封盖属于易耗品，需要定期更换。根据下面的说明，我们推荐每半年更换一次。在使用期间，滴管的颜色从白色变为灰色。这是由蒸汽引起的，不会影响结果。但无论如何，我们建议每半年连同密封盖一起进行更换。

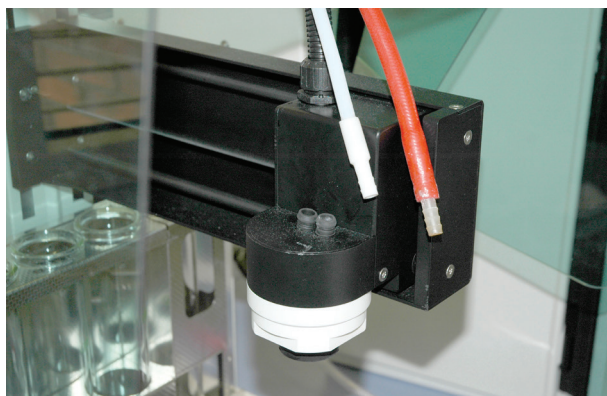
| | |
|---|--|
|  | 小心 |
| | 高温表面灼伤风险。 <ul style="list-style-type: none"> · 操作完成后，务必等仪器冷却后再触碰滴管、密封件或传送软管和蒸汽软管。 |



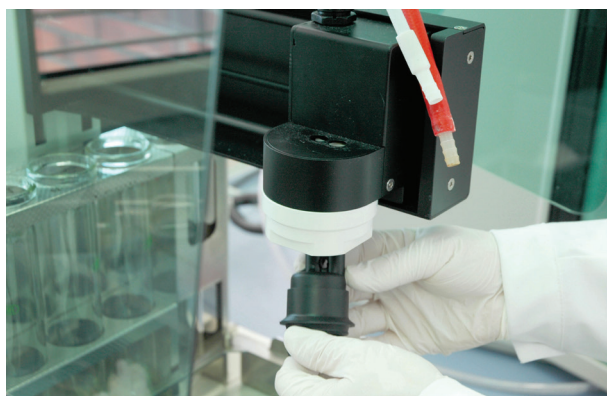
- 将样品架从托盘上取走。
- 将进样器臂移至检修位置。
(系统准备 ▶ 进样器功能 ▶ 移至检修位置)
- 从下方将滴管从进样器臂中拉出。



- 若要更换密封盖,首先要用扁嘴钳拆掉红色蒸汽软管和白色换热管上的两个软管夹具。



- 将两根软管从密封盖的两个接头处拆下。



- 从下方将密封盖从进样器臂中拉出。
- 从下方插入新的密封盖时,注意它的方向——顶部两个接头的排列并不对称。当准确插入密封盖后,两个接头必须能够穿过进样器臂中对应的两个孔。
- 红色软管对应带红色标记的接头,白色软管对应带白色标记的接头。
- 从下方固定密封盖,同时重新连接两根软管,以防它再次滑落。
- 当新的滴管从下方进入密封盖时,要尽量往里推。
- 将进样器臂移动到零位。
(系统准备 ▶ 进样器功能 ▶ 移到零位)
- 重新安装样品架。


提示


根据样品处理情况和仪器保养情况,应考虑在大约 2000 次蒸馏后更换密封盖。如果蒸汽发生泄漏,则需要立即更换密封盖。

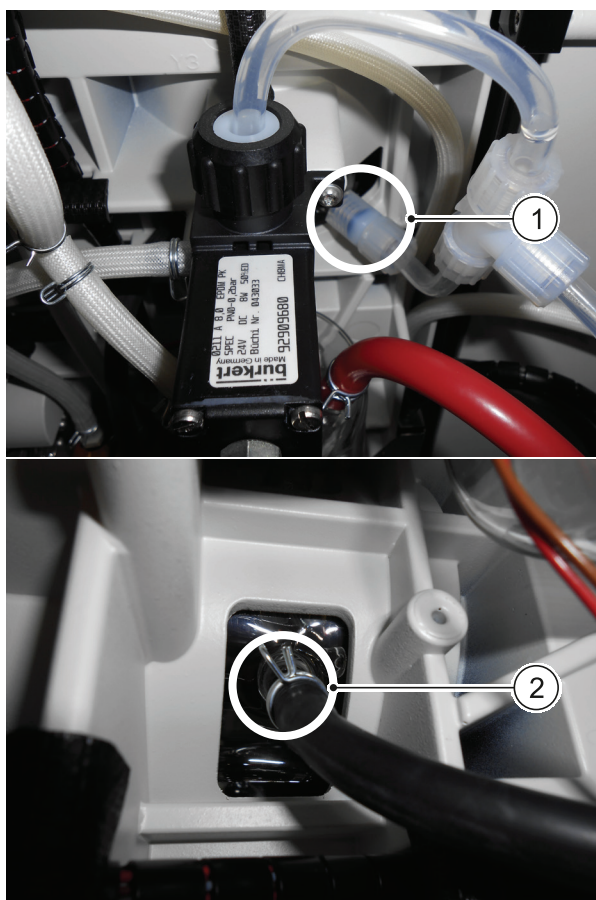
7.4.3 更换防喷溅保护器

在大约 3000 次蒸馏后,应更换玻璃防喷溅保护器,最迟不得超过 5000 次。塑料防喷溅保护器应在大约 8000 次蒸馏后更换。

更换防喷溅保护器需要使用开口扳手 (11058252) 和 SVL 22 工具 (11057779)。两者都是标配件。

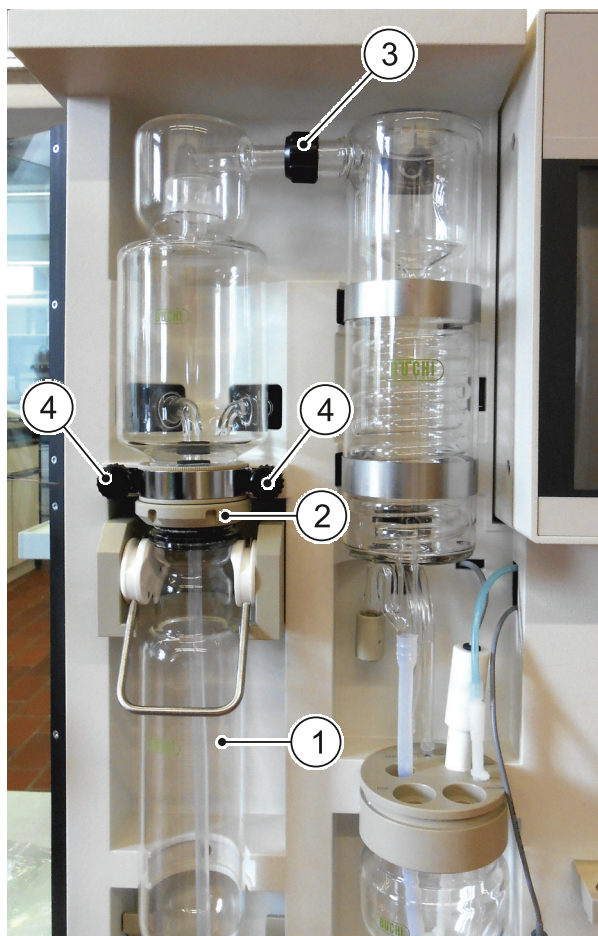
| | |
|---|---|
|  | <p>警告</p> <p>可导致严重腐蚀性化学烧伤。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 遵照所用化学品的全部数据表。 · 只能在通风环境中处理腐蚀品。 · 必须始终佩戴护目镜。 · 必须始终佩戴防护手套。 · 必须始终穿戴防护服。 · 不得使用损坏的玻璃器皿。 |
|---|---|

| | |
|---|---|
|  | <p>警告</p> <p>接触高压电将导致重伤或死亡。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 确保在更换泵之前, 仪器已被关闭并拔掉电源。 |
|---|---|



打开检修门。

- 断开供水连接 ①。
- 断开 NaOH 连接 ②。



- 拆除样品管和滴管 ①。
- 按照第 7.4.1 节所述，随密封件一起拆下螺丝帽 ②。
- 使用开口扳手 (11058252) 拧松螺丝帽，并将其滑回 ③。
- 拧松两颗螺丝 ④ 并移走固定器。
- 将防喷溅保护器从仪器上取下，更换新的防喷溅保护器。
- 按相反顺序重新装配。

7.5 年度维护

7.5.1 更换磨损的零件

更换以下组件：

- 密封件包括进样器密封盖和防喷溅保护器密封。
- 氢氧化钠泵和硼酸泵（根据需要还有其它泵）。
- 滴管。
- pH 电极（根据样品处理量和 pH 电极维护情况，在需要时更换）。
- 进样器臂中的波形弹簧。
- 蒸馏装置内部的软管，尤其是接触蒸汽、NaOH 和 H_3BO_3 的软管。

7.5.2 蒸汽发生器的脱钙


要对蒸汽发生器进行脱钙，按以下步骤操作：


- 确保蒸汽发生器已经冷却（关闭装置，至少冷却 30 分钟）
- 除掉蒸汽发生器中的水（参见“9.1 排空蒸汽发生器”小节）
- 混合 0.8 L 左右的脱钙溶液（将约 160 g 的柠檬酸或 80 g 的氨基磷酸溶解在 0.8 L 的水中）
- 从仪器的后面将软管从 H_2O 泵上拆下来，然后将另一根软管与泵连接
- 将软管浸入脱钙溶液中
- 打开 K-375
- 初始化后，泵开始运行
- 当蒸汽发生器装满溶液后，关闭该装置（泵停止工作）

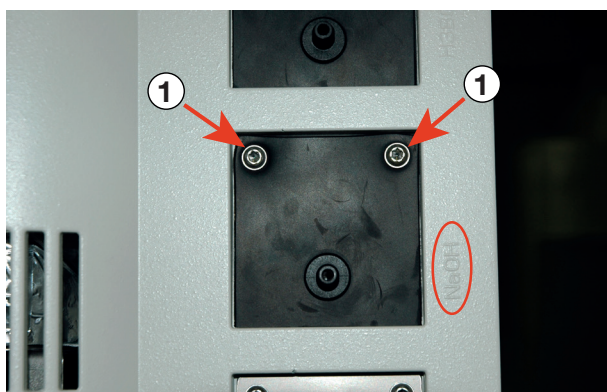
- 让溶液溶解石灰 0.5 – 1 小时
- 排出蒸汽发生器中的溶液（参见步骤 1 和 2）
- 执行第二次脱钙（参见步骤 5 – 10）
- 将水箱上的软管与 H₂O 泵连接
- 用蒸馏水冲洗蒸汽发生器 2 – 3 次（参见步骤 6 – 8 和 10）
- 对仪器执行 2 – 3 次清洗（清洗程序）

7.5.3 更换氢氧化钠泵

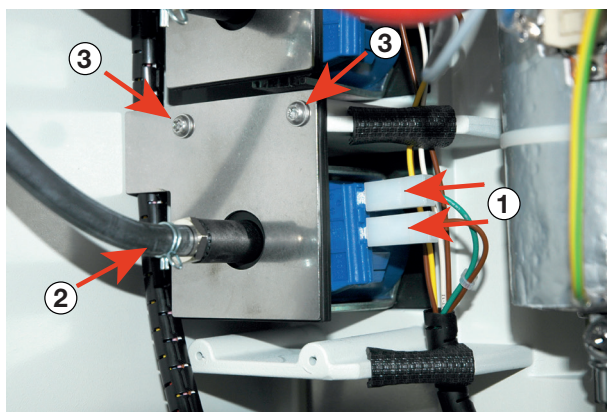
氢氧化钠泵被视为易耗件，为了防患于未然，需要每年更换一次。
操作步骤如下：

| | |
|--|---|
|  | <p>警告</p> <p>可导致严重腐蚀性化学烧伤。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 遵照所用化学品的全部数据表。 · 只能在通风环境中处理腐蚀品。 · 必须始终佩戴护目镜。 · 必须始终佩戴防护手套。 · 必须始终穿戴防护服。 · 不得使用损坏的玻璃器皿。 |
|--|---|

| | |
|---|--|
|  | <p>警告</p> <p>接触高压电将导致重伤或死亡。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 确保在更换泵之前，仪器已被关闭并拔掉电源。 |
|---|--|



- 拆下位于仪器的后侧两个螺丝 ①。
氢氧化钠泵的位置标在外壳上，记号为“NaOH”。



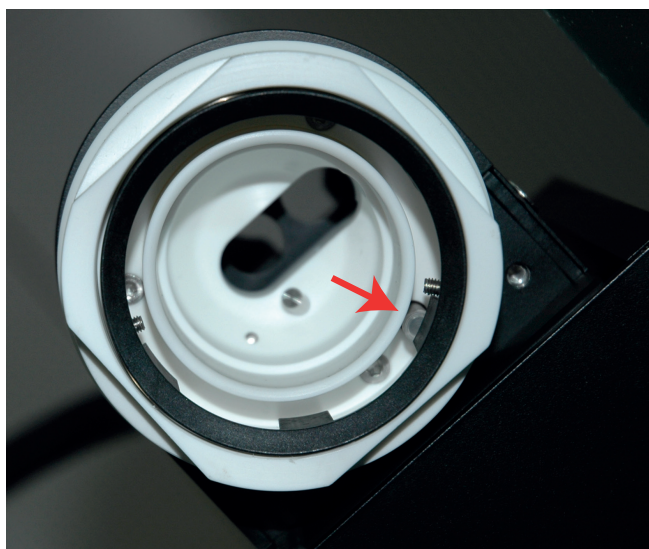
- 打开检修门。
- 在左侧的三个泵中，氢氧化钠泵位于最下方。
- 断开两个插头连接器 ①。(重新装配说明：上面的插座连接绿色电缆，下面的插座连接棕色电缆！)
- 断开前侧的管体 ②。
- 松开前面板上的两个螺丝 ③，并取下前面板。泵体随即松脱，可进行更换。
- 按相反顺序重新装配。

7.5.4 更换波形弹簧

- 拆除样品架，将进样器臂移至检修位置。
- 取下滴管。
- 从下方将波形弹簧和波形弹簧固定器一起从进样器臂中拉出：



- 从下方将一个带有新固定器的新波形弹簧插入进样器臂：









提示

确保固定器的一个夹子按住进样器臂内部的弹簧。(见下图中的箭头。) 否则样品管检测功能无法生效！

7.6 每两年更换

7.6.1 更换输送连接件

| | |
|--|---|
|   | <p>警告</p> <p>可导致严重腐蚀性化学烧伤。热蒸汽灼伤风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 如果样品输送管和/或蒸汽软管出现穿孔或裂缝，切勿将 K-375 与进样器一起使用。 |
|--|---|

| | |
|---|---|
|     | <p>警告</p> <p>可导致严重腐蚀性化学烧伤。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 必须始终佩戴护目镜。 · 必须始终佩戴防护手套。 · 必须始终穿戴防护服。 |
|---|---|

输送连接件由输送软管、蒸汽软管以及黑色保护套组成，必须至少两年更换一次或按需更换。

请按以下步骤更换输送连接件：

- 关闭两个仪器（KjelMaster 和 KjelSampler）。
- 等待仪器所有部件冷却到室温。
- 松开 K-375 后侧的输送软管和蒸汽软管的接头（具体参见第 5.3.2 节）。
- 松开 KjelSampler 进样器臂上的保护套以及蒸汽软管和输送软管的接头（具体参见第 5.3.1 节）。
- 将输送连接件从仪器上取下，更换新的连接件。

7.7 维护工作（需要的话）

7.7.1 更换滴定管尖嘴

滴定管尖嘴由带有螺纹夹具 ② 和套入式头 ⑤ 的轴 ④ 组成。使用距离固定器 ③ 将滴定管尖嘴插入接收器容器。

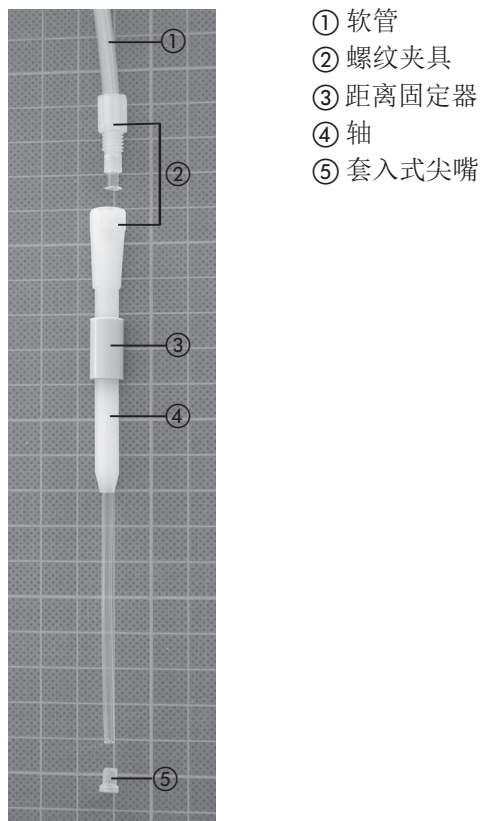


图 7.2: 拆卸和安装滴定管尖嘴

请按以下步骤安装滴定管尖嘴:

- 将轴 ④ 拧到软管 ① 上。
- 将距离固定器 ③ 滑到轴上。
- 将套入式尖嘴 ⑤ 推到轴的末端。

7.7.2 清洗 pH 电极

如果玻璃膜或隔膜变脏, 对其进行清理, 以维护测量功能。根据污染程度, 将玻璃膜或玻璃膜连同隔膜一起浸入清洗液中。

根据污染程度, 建议采用下述方法。

清理完毕后, 用蒸馏水冲洗电极, 在进行任何测量之前, 要将电极置于电解液中 1 小时或以上并重新校准。

表 7-1: pH 电极清洗方法

| 污垢 | 处理 | 注释 |
|---------------|---|------------------------------------|
| 无机物 | 使用 HCl 0.1 mol/L 或 NaOH 0.1 mol/L 等处理几分钟 | 使用温热溶液 (40- 50 °C) 改善净化效果 |
| 有机物 (机油、润滑脂等) | 用合适的有机溶剂 (如乙醇) 或表面活性剂溶液冲洗干净。 | 对于塑料轴电极, 需考虑耐化学腐蚀性。同样用一块湿的软布擦拭传感器。 |
| 蛋白质 | 使用胃蛋白酶 / HCl 溶液处理 1 小时 | 0.1 mol/L HCl 中含 5 % 胃蛋白酶 |
| 硫化物 (在陶瓷膜上) | 使用硫脲 / HCl 溶液 (HCl 0.1 mol/L 中含 6.5%), 直至污垢颜色变淡 | 原因: 电解质与测量溶液发生反应。 |

7.7.3 更换滴定管

一般而言，您很少需要更换滴定管。如果出现缺陷，则必须更换。


7.7.4 清洗防喷溅保护器和橡胶密封件

如果防喷溅保护器或橡胶密封件受到污染，且在日常维护工作中无法清除污垢，请执行以下步骤：

- 拆卸防喷溅保护器并取下橡胶密封件。
- 用水冲洗防喷溅保护器，将样品残留物清理掉。

根据应用类型和维护频率，我们建议在进行完 3000 – 5000 次测定之后更换玻璃防喷溅保护器。塑料防喷溅保护器最多可进行 8000 次蒸馏。

要延长密封件的寿命，尤其是在处理结晶产品时，必须用水冲洗密封件。然后，用软布擦干并重新安装密封件，同时将防喷溅保护器固定到位。

| | |
|---|---|
|  | 注意 |
| | <p>仪器受损风险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 拆卸和重新安装密封件时，务必确保其不受损坏。 · 沿着与玻璃部件轴垂直的方向移动密封件，确保密封唇口不出现任何损坏。 · 切勿在密封件上涂抹润滑脂，不得用尖锐物体触碰密封件，否则会导致其受损。 |

7.7.5 玻璃零件

如果样品管和冷凝器破损，应进行更换（参见章节 7.3.5）。使用 KjelSampler K-376 / K-377 时，一旦 K-375 上安装了新的防喷溅保护器，应更换 500 mL 样品管（用于所有蒸馏过程）。

7.7.6 配液装置故障检测

如果配液装置发生堵塞，可能是阀盘和配液盘相互粘连导致的。在这种情况下，清洗阀盘和配液盘即可解决问题。

要拆卸配液装置，请参见配液装置手册（随 K-375 附带）中的“3.7 拆卸配液装置”小节。

关于清洗阀盘和配液盘的说明，请参见“4.1.2 清洗阀盘和配液盘”小节；要解决阀盘和配液盘相互粘连的问题，请参见“4.1.3 阀盘和配液盘相互粘连”小节。

7.7.7 调整样品管支架

一旦 K-375 未能检测到样品管，显示错误消息“10102 不存在样品管”或者发现泄漏，则需要调整样品管支架。要调整样品管支架，需要调整量规 11059802：

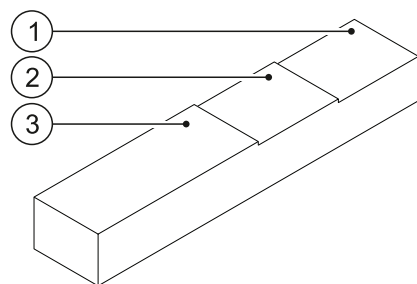
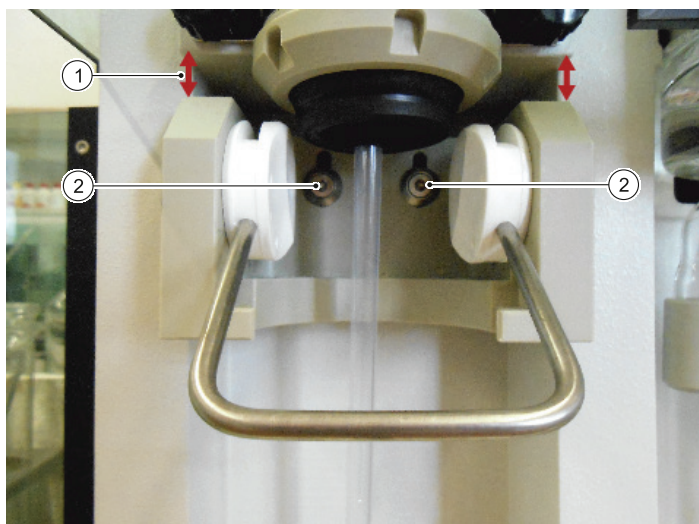


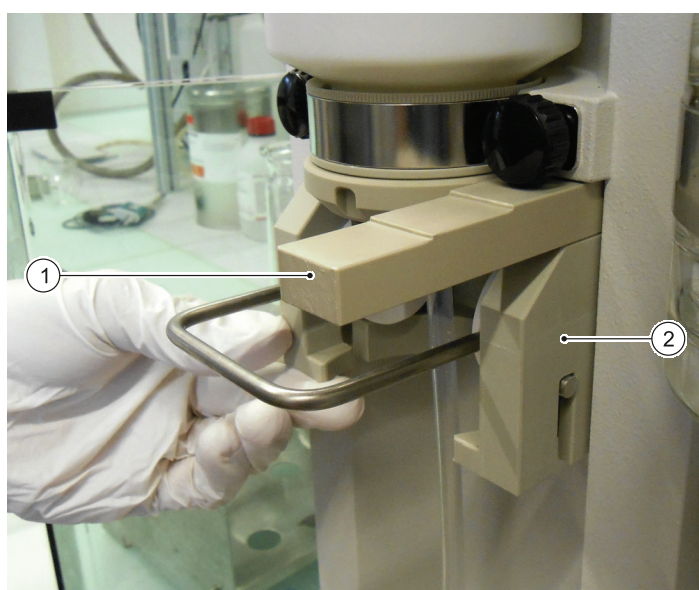
图 7.3 用于调整样品管支架的量规 11059802

- ① 第 1 级适用于老旧、磨损的防喷溅保护器密封件
- ② 第 2 级适用于使用不久的防喷溅保护器密封件
- ③ 第 3 级适用于新的防喷溅保护器密封件



要调整样品管支架和防喷溅保护器密封件 ① 之间的距离来获得最佳接触压力：

- 稍微拧松两颗螺丝 ②



- 将量规 ① 插入支架与外壳之间的间隙 (根据密封状况插入量规 —— 对于新密封件, 用量规最厚一端插入; 对于磨损的密封件, 使用最薄的一端或使用中间部分)
- 向上移动样品管支架 ② 以顶住量规 ①, 拧紧支架上的两颗螺丝
- 移除量规 ①
- 插入样品管, 测试样品管连接是否紧密
- 如有必要, 使用量规的另一级重复调整步骤

图 7.4 调整样品管支架

提示

如果调整样品管支架无法解决问题, 则可能需要更换样品管支架和/或防喷溅保护器密封件。

7.8 客户服务

只允许由授权的服务人员执行仪器维修工作。授权人员需要经过全面的技术培训, 了解对仪器开展工作时可能出现的危险。

BUCHI 客户服务办事处地址请查阅 BUCHI 网站:

www.buchi.com。如果您的仪器出现故障或者您有任何技术问题或应用问题, 请联系以下部门。

客户服务中心提供以下服务:

- 备件服务
- 安装确认 (IQ)
- 操作确认 (OQ) / 重复 OQ
- 维修服务
- 维护服务
- 技术咨询
- 应用程序支持

8 故障检测

本章帮助排除仪器轻微故障，继续运行仪器。这里列出了可能发生的故障、可能原因以及如何纠正问题的建议。以下故障检测表列出了仪器可能发生的故障和错误。操作员可自行纠正一些问题或错误。“纠正措施”列为此列出了相应的纠正措施。

对于更复杂的故障或错误，通常需要由能够访问官方检修手册的 BUCHI 技术工程师来排除。在这种情况下，请联系当地的 BUCHI 客户服务代理商。

8.1 可能出现的问题

无法开始进行测定

- 蒸汽发生器处于待机模式。按下“就绪”按钮，启动蒸汽发生器。

从 K-376 / K-377 到 K-375 之间无样品输送

- 检查系统是否出现泄漏 (K-376 / K-377、K-375 和输送软管/连接件)
- 检查 K-376 / K-377 上滴管的位置：样品管底部和滴管之间的距离必须为 2 mm 左右。如有必要，对滴管进行相应的调整
- 通过预运行检查系统。如果仍不能解决问题，则检查 K-376 中的玻璃管是否有裂缝以及管的高度。

结晶样品

- 加热结晶样品，使其溶解。否则无法输送样品。

典型消解错误

消解后结晶

- H₂SO₄ 和催化剂的比率错误
- 消解时间太长
- 尾气吸收装置抽吸力太强
- 抽吸系统泄漏

样品没有变透明

- 没有使用催化剂或使用得太少
- 消解温度太低
- 温度太高 —— 密封材料被冲入样品中

烟气泄漏

- 密封件损坏
- 尾气吸收装置抽吸力太弱
- 系统泄漏，如软管接头连接不紧固
- 软管堵塞
- 旁路阀抽吸力下降

沸腾延迟/暴沸/起泡

- 缺少消解杆或使用了沸腾石
- 缺少止泡片或其它止泡剂

典型蒸馏错误

添加 NaOH 后样品没有变成深蓝色/褐色

- NaOH 罐已空
- NaOH 软管中有空气
- 消解未使用催化剂 (只有 H₂O₂)

蒸馏或添加化学品时喷溅

- 所选的样品管错误
- 样品管体积太大
- 稀释用水不足

可能出现的其它问题

| 问题 | 原因 | 纠正措施 |
|-------|--|--|
| 氮含量太高 | <ul style="list-style-type: none"> · 滴定系统、滴定管、玻璃管中有空气 · 在蒸馏时搬运 · 滴定剂错误 · 计算错误 · pH 电极故障 · 玻璃器皿脏污 · 气泡干扰比色滴定 | <ul style="list-style-type: none"> · 重新加注滴定管 · 减少用量, 或增加稀释水量 · 使用合适的浓度 · 检查滴定液的计算和浓度、摩尔反应系数、滴定剂系数 · 校准电极, 必要时进行更换清洁保护网 · 只使用干净的玻璃器皿 · 检查并纠正保护网的位置 |

| 问题 | 原因 | 纠正措施 |
|-------|---|--|
| 氮含量太低 | <ul style="list-style-type: none"> · 消解未完成 · H₂SO₄ 不足 · 凯氏定氮片和 H₂SO₄ 比例错误 · 每支样品管中的氮含量太高 · NaOH 不足或所用的 NaOH 浓度不正确 (应为 32 %) · 蒸馏时发生泄漏 · 消解时发生泄漏 · 所用的滴定剂错误 · pH 电极故障 · 玻璃器皿脏污 · 气泡干扰比色滴定 | <ul style="list-style-type: none"> · 延长消解时间 · 增加用量 · 纠正比例 · 每支样品管中不超过 200 mg 氮 · 纠正用量, 直到可以观察到颜色变化 · 检查并拧紧, 查看冷凝器和防喷溅保护器之间的连接情况, 必要时更换密封件 · 检查密封情况和尾气吸收装置抽吸力 · 检查并纠正 · 校准电极, 必要时进行更换, 清洁保护网 · 只使用干净的玻璃器皿 · 检查并纠正保护网的位置 |
| 重复性不佳 | <ul style="list-style-type: none"> · 滴定系统、滴定管、样品管中有气泡 · 排空无法正常工作 · pH 电极校准不正确或未校准 (仅适用于电位测定) · 指定范围以外的 Setpoint 测定 (仅适用于比色测定) · 样品非均质 · 样品称重问题 · 消解未完成, 消解时间太短 · 消解期间抽吸力太强 · 搅拌器不工作 · 滴管被堵塞、松脱、太短或损坏 · 气泡干扰比色滴定 · 滴定配液嘴位置错误 · 指示剂过期 · 指示剂与硼酸的比例错误, 或使用了不匹配的指示剂 · 传感器电缆接触不良 | <ul style="list-style-type: none"> · 固定管路并重新加注滴定管 · 检查并修复泄漏 · 使用新鲜缓冲液校准电极 · 将样品均质化 · 使用称量舟改进步骤 · 检查样品在消解期间的颜色, 并相应地选择消解时间 · 使用旁路阀降低尾气吸收装置的抽吸力 · 清洗搅拌器, 必要时进行更换 · 检查并纠正 · ? · 检查并纠正保护网的位置 · 检查并纠正位置 · 使用新鲜溶液更换带有指示剂的硼酸 · 根据 BUCHI 应用说明书检查并纠正 · 检查电缆并纠正 |

8.2 K-375 的显示屏上的错误消息

错误消息包括一个错误代码和一行用于描述问题的简短文本。

如果操作员不能解决问题——请写下错误代码并联系 BUCHI 服务部门，以获得进一步的帮助。

| 消息 ID | 描述 | 补救方法 |
|--------|--|----------------------------------|
| 10'001 | 过程被用户中止 | 重启过程 |
| 10'002 | 未找到蒸馏起点。 | 检查电极并重试。 |
| 10'003 | 上一次关机失败。请确保按下电源开关关闭仪器。 | 使用电源开关关闭仪器 |
| 10'004 | 方法未涉及排空。进样器需要排空。 | 激活排空功能 |
| 10'005 | 演示模式已激活。 | 使用演示模式或切换到操作模式 |
| 10'011 | 实时时钟电池电量过低。日期和时间已被复位。请在设置中设置正确的日期和时间。建议更换电池。 | 更换电池 |
| 10'101 | 门打开 | 关闭门 |
| 10'102 | 不存在样品管 | 连接样品管或调整样品管支架 |
| 10'103 | 管罩已打开 | 关闭管罩 |
| 10'104 | 建议进行预热 | 执行预热 |
| 10'105 | 建议的清洁方式 | 执行清洁 |
| 10'110 | 滴定管已断开 | 连接滴定管 |
| 10'121 | 水箱已空 | 加满水 |
| 10'122 | NaOH 罐已空 | 加满氢氧化钠 |
| 10'123 | H ₃ BO ₃ 罐已空 | 加满硼酸 |
| 10'124 | 废液接收箱已满 | 清空箱体 |
| 10'125 | 废样品管箱已满 | 清空箱体 |
| 10'126 | 酸液罐已空 | 加满酸液 |
| 10'200 | “泵电流”传感器失灵 | 电流检测装置、AD 转换器或其它硬件组件故障。致电服务部门。 |
| 10'204 | “冷却水流”传感器失灵 | 冷却水流测量装置、AD 转换器或其它硬件组件故障。致电服务部门。 |
| 10'208 | “蒸汽压力”传感器失灵 | 蒸汽压力测量装置、AD 转换器或其它硬件组件故障。致电服务部门。 |
| 10'217 | 模拟数字转换器失灵 | AD 转换器或其它硬件组件故障。致电服务部门。 |
| 10'300 | 未检测到冷却水流。请打开水龙头。 | 检查冷却水供应。打开水龙头或制冷机。 |
| 10'301 | 排空出错：未检测到真空 | 检查系统是否泄漏 |
| 10'302 | 冷却水流太小 | 确保加大流速或检查“设置/外围设备/冷却水”设置中的参数 |
| 10'303 | 蒸馏时压力过低 | 系统压力低于 150 mbar。检查是否发生泄漏或致电服务部门。 |
| 10'311 | H ₂ O 泵无液流 | 水泵故障。更换泵或致电服务部门。 |
| 10'312 | NaOH 泵无液流 | NaOH 泵故障。更换泵或致电服务部门。 |

| 消息 ID | 描述 | 补救方法 |
|--------|-------------------------------------|-----------------------------------|
| 10'314 | H ₃ BO ₃ 泵无液流 | 硼酸泵故障。更换泵或致电服务部门。 |
| 12'001 | 蒸汽阀 (Y1) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'002 | 冷却水进水阀 (Y5) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'003 | 进样器蒸汽阀 (Y6) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'004 | 进样器传送阀 (Y7) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'005 | 阀 5 (未使用) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'006 | 废样品管阀 (Y2) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'007 | 排空阀 (Y3) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'008 | 接收器阀 (Y4) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'009 | 注水阀 (Y8) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'010 | 水样品管阀 (Y9) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 12'011 | 废液接收器阀 (Y10) 失灵 | 阀或线束故障。致电服务部门。 |
| 13'001 | 27V 电源过流 | 电路板故障。致电服务部门。 |
| 13'002 | 通风机电源过流 | 风扇短路。致电服务部门。 |
| 13'003 | 通风机电子器件堵塞 | 检查堵塞情况或致电服务部门 |
| 13'004 | 通风机内部堵塞 | 检查堵塞情况或致电服务部门 |
| 14'001 | 滴定仪未就绪 | 检查是否已将所有线缆都插入到滴定仪，重启系统或致电服务部门。 |
| 14'002 | 滴定仪信息 (版本) | 致电服务部门 |
| 14'003 | 滴定仪无法启动 | 滴定仪出错。在“系统准备/滴定管”功能中检查功能。致电服务部门。 |
| 14'004 | 滴定仪无法启动，pH 值太低 | pH 值低于设定值。检查电极、配液装置和硼酸。 |
| 14'005 | 滴定仪无法启动，pH 值太高 | pH 值高于设定终点。检查电极、配液装置和接收溶液。 |
| 14'006 | 滴定方向错误 | 确保已将 pH 电极浸入接收溶液中，确认使用的滴定溶液正确。 |
| 14'007 | 滴定速度超出规范要求 | 滴定过头。使用较低浓度的滴定溶液或降低滴定速度。 |
| 14'008 | 滴定速度超出规范要求 | 反滴定时滴定过头。使用较低浓度的滴定溶液或降低滴定速度。 |
| 14'010 | 滴定仪模块无法创建服务 11 | 需要关闭并重新打开蒸馏装置 |
| 14'011 | 滴定仪模块无法创建服务 21 | 需要关闭并重新打开蒸馏装置 |
| 14'012 | 滴定仪模块无法创建服务 41 | 需要关闭并重新打开蒸馏装置 |
| 14'013 | 滴定仪模块无法创建服务 3 | 需要关闭并重新打开蒸馏装置 |
| 14'100 | 滴定仪超时 | 无法达到滴定终点。检查配液装置，确定滴定溶液是否足够，或更新固件。 |
| 14'101 | 滴定仪测量值超出范围 | 确认所使用的校准缓冲液，检查电极。 |
| 14'501 | 配液装置未就绪，请检查 | 确认配液装置已连接到蒸馏装置。 |
| 14'502 | 配液装置被锁定 | 检查配液装置并依次关闭和打开蒸馏装置。 |
| 14'503 | 配液装置未就绪，无法更换装置 | 确认配液装置已连接到蒸馏装置。 |
| 14'504 | 配液装置未就绪，无法配液 | 确认配液装置已连接到蒸馏装置。 |
| 14'505 | 配液装置过载 | 致电服务部门 |

| 消息 ID | 描述 | 补救方法 |
|--------|---|---------------------------------|
| 14'506 | 配液装置未就绪, 活塞被堵塞 | 拆卸配液装置 (参见“配液装置故障检测”小节) |
| 14'602 | 滴定仪已停止, 已达到最大量 | 确保电极工况正常, 使用的滴定溶液正确, 滴定仪软管中无气泡。 |
| 14'603 | 滴定仪已停止, 已到达停止终点 | 检查滴定仪中滴定溶液是否充足 |
| 14'604 | 滴定仪已停止, 已到达停止点 | 检查滴定仪中滴定溶液是否充足 |
| 14'605 | 滴定仪已停止, 已到达停止时间 | 检查滴定仪中滴定溶液是否充足 |
| | | |
| 15'001 | 未连接进样器 | 打开进样器, 检查连接电缆 |
| 15'002 | 进样器: 未达到目标 | 重试或致电服务部门 |
| 15'003 | 进样器: 连接丢失 | 检查连接电缆 |
| 15'101 | 进样器: 罩体打开 | 关闭罩体 |
| 15'102 | 进样器: 检测到系统崩溃 | 重试或致电服务部门 |
| 15'103 | 进样器: 未找到样品管 | 将样品管放入到位或致电服务部门 |
| 15'104 | 进样器: 未释放样品管 | 拆除样品管或致电服务部门 |
| 15'105 | 进样器: 错误 5, 保留 (不存在) | 致电服务部门 |
| 15'106 | 进样器: 错误 6, 保留 (不存在) | 致电服务部门 |
| 15'107 | 进样器: 罩体未锁定 | 致电服务部门 |
| 15'108 | 进样器: 参考位置错误 | 致电服务部门 |
| 15'109 | 因为 x 或 y 偏差大于 3 mm, 或调零开始时进样器未处于参考位置, 进样器无法调零 | 重试或致电服务部门 |
| 15'110 | 进样器: X 轴位置错误 | 致电服务部门 |
| 15'111 | 进样器: Y 轴位置错误 | 致电服务部门 |
| 15'112 | 进样器: Z 轴向下位置错误 | 致电服务部门 |
| 15'113 | 进样器: Z 轴向上位置错误 | 致电服务部门 |
| 15'114 | 进样器: EEPROM 写入时出错。调整值无法保存 | 致电服务部门 |
| | | |
| 17'001 | 蒸汽发生器过温 | 关闭并再次打开蒸馏装置或致电服务部门 |
| 17'002 | 未达到水位 | 检查蒸汽发生器的供水或致电服务部门 |
| | | |
| 18'001 | 搅拌器失灵 | 检查搅拌器电缆或更换搅拌器 |
| | | |
| 50'001 | 仪器电源接通 | 系统消息, 正常。 |
| 50'002 | 仪器电源关闭 | 系统消息, 正常。 |
| 50'003 | 用户登录 | 系统消息, 正常。 |
| 50'004 | 用户退出 | 系统消息, 正常。 |
| 50'005 | 验证数据一致性时间 | 系统消息, 正常。 |
| 50'006 | 测定仪器断电 | 系统消息, 正常。 |
| 50'007 | 自动导出出错 | 系统消息, 正常。 |
| 50'008 | 序列信息 | 系统消息, 正常。 |


8.3 消除 KjelSampler K-376 / K-377 的故障

检查 KjelSampler K-376 / K-377 的功能 (测试程序)。

如果您发现样品管和进样器臂之间的密封盖出现泄漏, 您可使用附带的检验规检查样品管 (参见第 7.3.5 节)。

如果进样器臂没有移到参考位置, 请按以下步骤操作:

- 关闭防护罩。
- 按下背后的切换开关并一直按住, 直至进样器臂处于上端位置。

| | |
|---|--|
|  | 注意 |
| | 仪器受损风险。 <ul style="list-style-type: none"> · 不存在阻止进样器臂移动的机械终点止动挡板。只有一直接着切换开关, 直到进样器臂稍高于样品架, 才能移动进样器臂。 |

如果 K-376 / K-377 上的故障无法消除, 同样可在无进样器臂的情况下操作 KjelMaster K-375。在这种情况下, 在“设置”菜单上停用 KjelSampler。

使用 KjelSampler 后侧的切换开关可移动进样器臂, 并执行长期测试:

| | |
|---------------|--------------------|
| 按下并按住 2.5 秒以上 | 不断向上移动进样器臂。 |
| 在 2.5 秒内按 2 次 | 将进样器臂移到检修位置。 |
| 在 2.5 秒内按 3 次 | 将进样器臂移到零位。 |
| 在 2.5 秒内按 4 次 | 将进样器臂移到清洗位置 (用于运输) |
| 在 2.5 秒内按 5 次 | 开始长期测试。 |

提示

如果 K-376 或 K-377 的进样器臂由于电力故障无法被移动, 可使用手动曲柄手动提升进样器臂。手动曲柄可从任何授权 BUCHI 代表那里获取。

如果您发现样品管和进样器臂之间的密封盖出现泄漏, 您可使用附带的检验规检查样品管。

8.4 消除滴定仪的故障

滴定管没有得到正确填充

| 可能原因 | 措施/补救方法 |
|---------------|----------------------|
| 试剂瓶已空。 | 更换或加满试剂瓶。 |
| 软管在试剂瓶中浸得不够深。 | 将软管更深入地浸入瓶中, 或加满试剂瓶。 |
| 滴定管未被正确锁定。 | 锁定滴定管。 |

滴定系统中出现气泡

| 可能原因 | 措施/补救方法 |
|----------|---|
| 软管接头不够紧。 | 检查软管是否被拉出螺纹接头, 然后用手拧上。 更换软管 (连同螺纹接头)。 重新加注滴定管 |

滴定溶液未被滴定/配量

| 可能原因 | 措施/补救方法 |
|-----------------|----------------------------|
| 没有正确加注滴定管。 | 执行初始加注。 |
| 软管或滴定嘴出现褶皱或被堵塞。 | 检查软管和滴定嘴是否畅通无阻, 必要时更换对应部件。 |
| 滴定溶液中存在未溶解部分。 | 过滤或更换滴定溶液。 |

9 停止运行

本章介绍了如何关机 and 包装仪器进行存储或运输，并指定了存储和运输条件。

在运输仪器前，

- 电源线、
- 所有液位传感器、
- 连接至配液装置的电缆、
- 连接至进样器的软管（如使用）


必须被断开，同时

所有水管/试剂瓶管必须被断开并从箱体上拆下。必须用蒸馏水彻底冲洗用于硼酸和氢氧化钠配量的软管和泵。

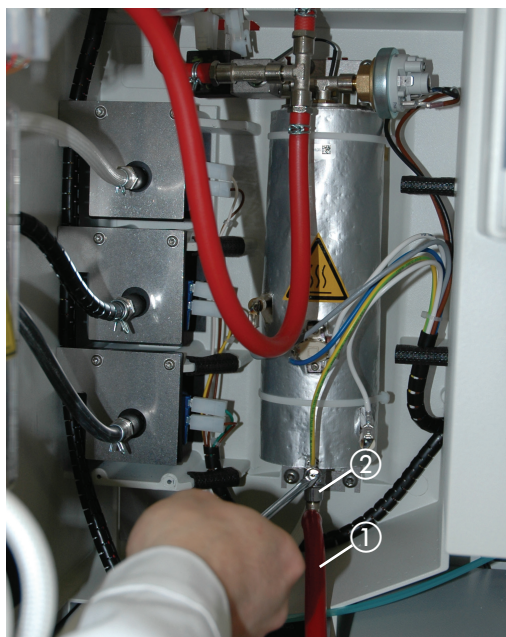
9.1 清空蒸汽发生器

要清空蒸汽发生器，请遵循以下步骤进行操作：

- 关闭仪器。
- 让蒸汽发生器冷却 30 分钟。

| | |
|--|--|
|  | <p>小心</p> <p>高温表面灼伤风险。蒸汽发生器会在工作过程中变热。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 在操作完成后，打开检修门前，通常要对仪器进行冷却。 |
|--|--|

- 打开检修门。
- 将适当的硅胶软管 ① 连接到蒸汽发生器上的排液阀 ② 上。
- 将硅胶软管插入容量至少为 500 mL 的容器中。
- 使用螺丝刀慢慢打开旋塞阀 ②，完全清空蒸汽发生器。
- 使用螺丝刀关闭旋塞阀。





① 硅胶软管连接至收集容器

② 使用旋塞阀排空

9.2 清空滴定仪的滴定管

在运输仪器前清空滴定仪的滴定管。

9.3 储存/运输

| | |
|---|---|
|  |  小心 |
| | <p>生物危险。</p> <ul style="list-style-type: none"> · 清除仪器中的所有危险物质，并彻底清洗仪器。 |

在原包装的状态下储存并运输仪器。

提示

将 K-376 进样器臂移到清洗位置进行运输。

9.4 处置

若要以环保的方式处置仪器，参见第 3 章列出的物料清单。该表可确保正确分离和回收组件。尤其要保证适当地处理气弹簧。

请遵守地区和当地关于处置的现行法律。

10 零备件

本章列出了零备件、附件、选装件以及它们的订购信息。

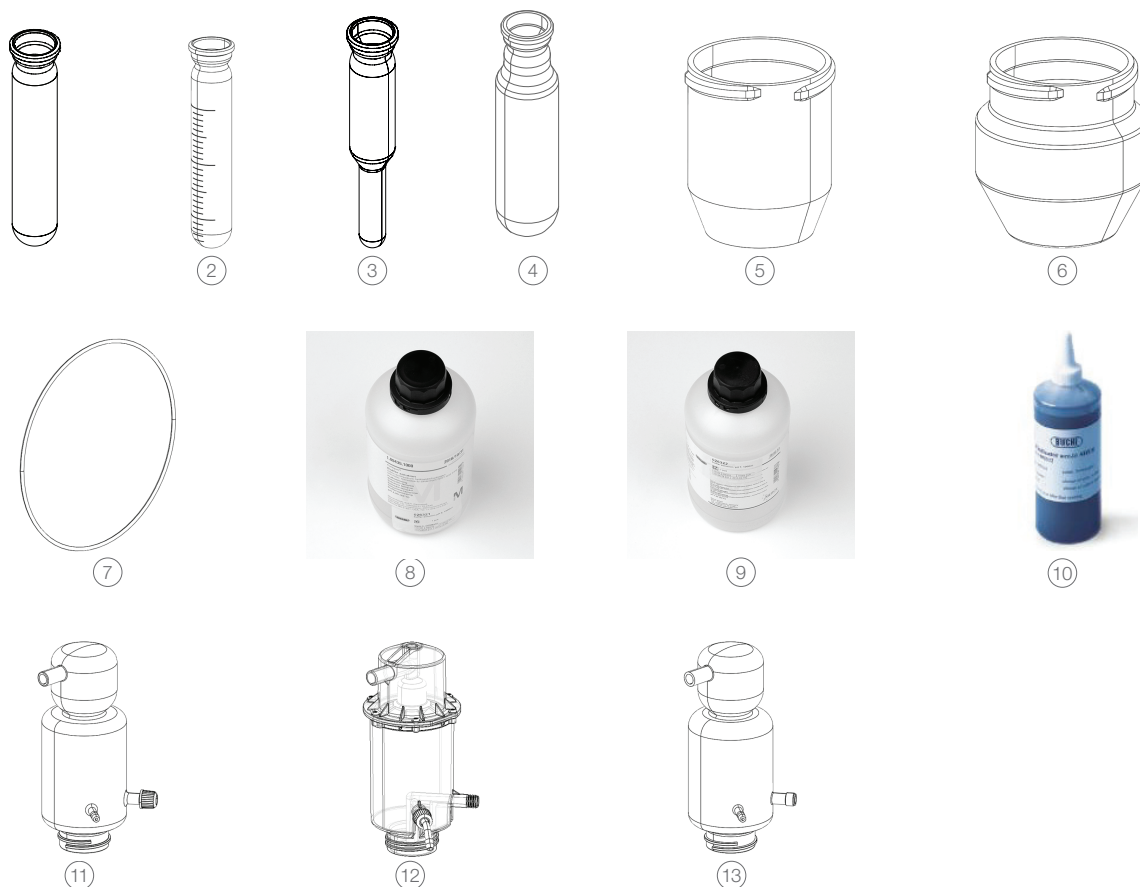
请从 BUCHI 订购零备件。在订购零备件时，请指明产品名称和 SAP 号。

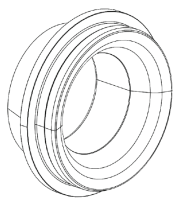
维护和维修只能使用 BUCHI 原装消耗品和原装零备件，以确保系统优良的性能和可靠性。在未获得制造商的书面许可之前，不得对零备件进行任何修改。

10.1 零备件 K-375

| 产品 | 订货号 | 插图 |
|---|----------|----|
| 样品管 (4 支), 300 mL | 00037377 | ① |
| 样品管 (20 支), 300 mL | 11059690 | ① |
| 样品管 (4 支), 300 mL | 00043049 | ② |
| 样品管 (4 支), 100 mL | 11057442 | ③ |
| 样品管 (4 支), 500 mL | 00043982 | ④ |
| 340 mL 接收容器 | 00043333 | ⑤ |
| 420 mL 接收容器 | 00043390 | ⑥ |
| O 型圈 190.1 x 3.53 EPDM 75 | 00049767 | ⑦ |
| O 型圈 247.2 x 3.53 EPDM | 11058241 | |
| 缓冲液 pH 4, 1000 mL | 00026321 | ⑧ |
| 缓冲液 pH 7, 1000 mL | 00026322 | ⑨ |
| 指示剂 (符合 Sher), 100 mL (如果出货的是带比色传感器的仪表型号) | 00003512 | ⑩ |
| 玻璃防喷溅保护器 | 00043332 | ⑪ |
| 塑料防喷溅保护器 | 00043590 | ⑫ |
| 防喷溅保护器 (用于 Devarda 方法) | 00043335 | ⑬ |
| 带内部固定环的密封件 (橡胶塞) | 11057035 | ⑭ |
| 蒸馏用出口管, PTFE | 11057361 | ⑮ |
| 管接头 (弯曲) 套件, EPDM 密封件 (4个) | 00043129 | ⑯ |
| 夹子套件 Ø 6.6/Ø 10.9/Ø 8.6/Ø 9.7/Ø 12.8 (每套 5 件) | 00043586 | ⑰ |
| 冷凝器 K-375 | 00043320 | ⑱ |
| 止回阀, 成套 | 00043356 | ⑲ |
| 冷凝器密封套件 | 11058428 | ⑳ |

| 产品 | 订货号 | 插图 |
|--------------------|----------|----|
| pH 电极 (无电缆) | 11056842 | ⑳ |
| 电极线缆 | 11057399 | |
| 搅拌器转子叶片 | 00043466 | ㉑ |
| 搅拌器, 成套 | 11056590 | ㉒ |
| 配液装置 (20 mL) | 11056836 | ㉓ |
| 配液装置驱动电机 | 11056835 | ㉔ |
| 光电传感器 610 nm (含线缆) | 11057410 | ㉕ |
| 承滴盘 | 11057428 | ㉖ |
| 冷却水管密封件 (套件) | 00040043 | |
| 接收器 FEP 软管 (套件) | 00043191 | |
| 滴定仪配液嘴 | 11058745 | |
| 保护网 | 11061562 | ㉗ |

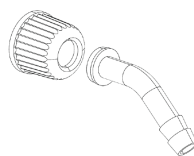




14



15



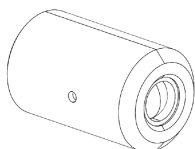
16



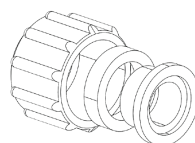
17



18



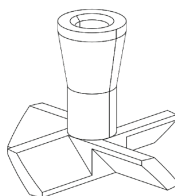
19



20



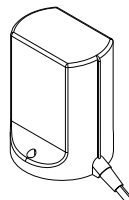
21



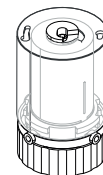
22



23



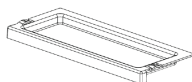
24



25



26



27



28

10.2 K-376 / K-377 零备件

| 产品 | 订货号 | 插图 |
|------------------|----------|----|
| 输送装置, 成套 | | |
| K-376 | 11059035 | ① |
| K-377 | 11059036 | ② |
| 滴管 | 11056031 | |
| 带横槽的滴管 | 00047845 | |
| 承滴盘 K-376/ K-377 | 00043827 | |
| 密封盖 | 11057284 | ③ |

Table 10-2: Spare parts K-376



10.3 Kjeldahl 进样器系统 K-375 / K-376 软管连接图

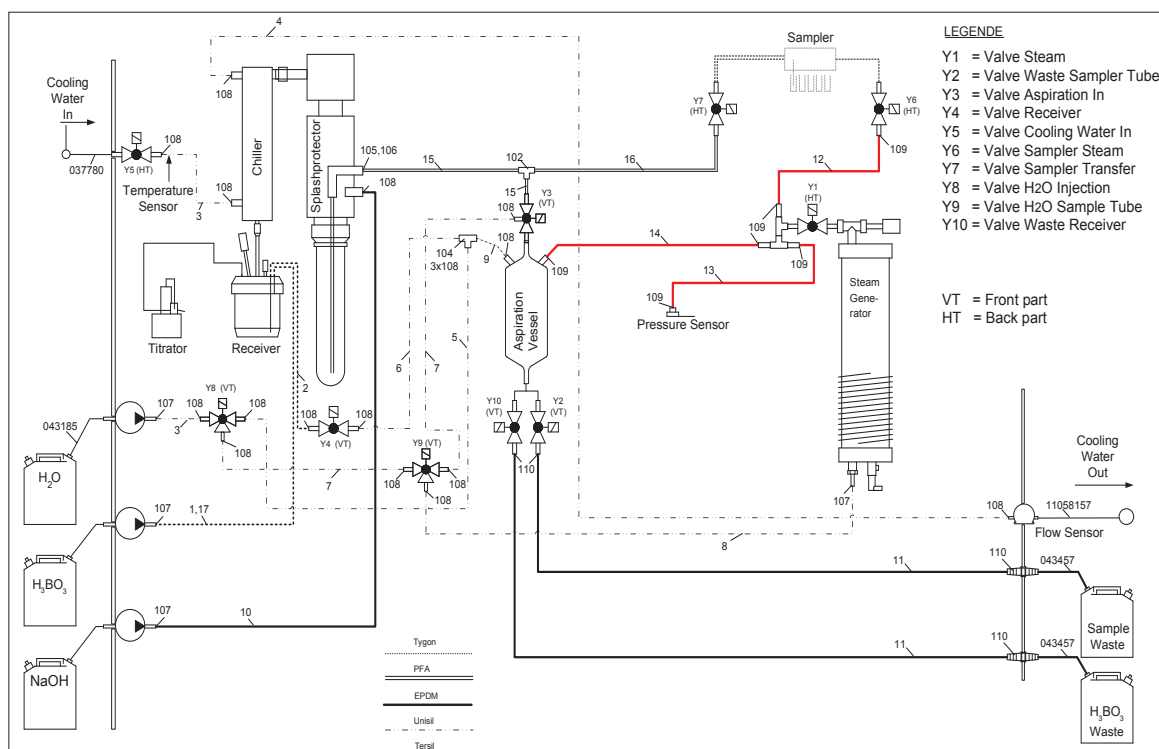


图 10.1: Kjeldahl 进样器系统 K-375 / K-376 标准软管连接图

11 声明和要求

11.1 FCC 要求 (适用于美国和加拿大)

English:

This equipment has been tested and found to comply with the limits for a Class A digital device, pursuant to both Part 15 of the FCC Rules and the radio interference regulations of the Canadian Department of Communications. These limits are designed to provide reasonable protection against harmful interference when the equipment is operated in a commercial environment.

This equipment generates, uses and can radiate radio frequency energy and, if not installed and used in accordance with the instruction manual, may cause harmful interference to radio communications. Operation of this equipment in a residential area is likely to cause harmful interference in which case the user will be required to correct the interference at his own expense.

Français:

Cet appareil a été testé et s'est avéré conforme aux limites prévues pour les appareils numériques de classe A et à la partie 15 des réglementations FCC ainsi qu'à la réglementation des interférences radio du Canadian Department of Communications. Ces limites sont destinées à fournir une protection adéquate contre les interférences néfastes lorsque l'appareil est utilisé dans un environnement commercial.

Cet appareil génère, utilise et peut irradier une énergie à fréquence radioélectrique, il est en outre susceptible d'engendrer des interférences avec les communications radio, s'il n'est pas installé et utilisé conformément aux instructions du mode d'emploi. L'utilisation de cet appareil dans les zones résidentielles peut causer des interférences néfastes, auquel cas l'exploitant sera amené à prendre les dispositions utiles pour palier aux interférences à ses propres frais.

Distributors

Quality in your hands

BUCHI联系信息:

上海办事处

上海市长宁区维多西路570
号GT-104, 202单元

中国 上海 200052

电话: +86 21 6280 3388

传真: +86 21 5230 8821

香港办事处

香港中环云咸街1-3号南华
大厦14楼

中国 香港

电话: +852 2389 2772

传真: +852 2389 2774

北京办事处

北京市海淀区中关村南大
街12号南317室

中国 北京 100081

电话: +86 10 8225 5557

传真: +86 10 8225 5557

广州办事处

广州市天河区天河北路桥
林路47号中融商务大厦东
塔1404室

中国 广州 510610

电话: +86 20 3885 4045

传真: +86 20 3884 8247

昆明办事处

昆明市国防路129号恒安写
字楼1015室

中国 昆明 650000

电话: +86 871 6363 2020

传真: +86 871 6363 8254

全国免费服务热线 400 820 0982 | china@buchi.com | www.buchi.com

我们在全球拥有 100 多家销售合作伙伴
查看您当地的销售代表, 请访问: www.buchi.com