

# Ръководство за работа с Karl Fischer Кулометричен Титратор HI 904



Karl Fischer Кулометричен Титратор HI 904 е приложим за провеждането на широм кръг много точни и прецизни методи за определяне на водно съдържание. Анализите се провеждат с достигане на крайна точка на титруване посредством използването на поляризиран елетрод и специално разработен алгоритъм, като постоянен поток от ток се поддържа между двата платинови извода на електрода. Когато в изследваната проба се съдържа вода, за поддържане потока на ток между двата извода на електрода е необходимо относително по-голямо количество напрежение. Докато протича титруването водата в изследваната проба се изчерпва количествено от електролитно образувания в съда йод. След достигане на крайната точка на титруване цялото количество от съдържащата се в изследваната проба вода е разгирало и се наблюдава излишък на йод. Наличието на излишък от йод намалява напрежението, необходимо за поддържане на постоянното напрежение между изводите на електрода. Алгоритъмът за откриване на крайната точка на титруване включва анализ както на информацията от електрода за отделните добавки на йод, така и на формата на титрувалната крива. Данните за титрувалните анализи и използваните методи могат да бъдат пренасяни на компютър посредством USB-устройство, съхранявани на такова, както и директно разпечатвани от титратора. За допълнително удобство към апарата могат да бъдат свързани и външни монитор и клавиатура.

# Бързи инструкции за работа с Karl Fischer Кулометричен Титратор HI 904

## Мерки за безопасност

1. Никога не трябва да включвате или изключвате помпата докато титраторът е в работен режим.
2. Винаги проверявайте дали реагентите, отпадните бутилки, както и всички други съдове, прилежащи към титратора, са правилно свързани.
3. Винаги почиствайте корпуса на апарата веднага след евентуални разливи или изпръсквания.
4. Винаги избягвайте следните условия на работната среда:
  - Силни вибрации.
  - Пряка слънчева светлина.
  - Относителна атмосферна влажност над 80%.
  - Температура на околната среда под 10°C и над 40°C.
  - Разположени в непосредствена близост отоплителни или охлаждащи източници.
  - Запалими и експлозивни материали.
5. Титраторът трябва да се обслужва само от квалифициран персонал.
6. Избягвайте вдишване на изпарения от рективите и контакт с химикалите.

## Клавиатура

Титраторът разполага със собствена клавиатура с 29 клавиша, групирани в няколко категории.

## Дисплей

Титраторът разполага с 5.7" графичен цветен дисплей с подсветка.

## Как да изберете език за работа?

За да смените езика за работа натиснете **General Options**. Маркирайте **Languages** и изберете **Select**. Използвайки **Стрелка нагоре** и **Стрелка надолу**, за да изберете език от списъка с възможности, изброени в **Set Language** и натиснете **Select**. Рестартирайте титратора, за да активирате избрания език.

## Как да използвате съвет за помощ от самия апарат при работа с него?

Можете да получите всякаква информация от титратора посредством натискане на **?**. Текстът за помощ може да бъде получен по всяко време и дава полезна информация относно това, което се представя на дисплея в момента.

## Методи

Титраторът може да поддържа над 100 метода, 90 от които са стандартни.

## Стандартни методи

Всеки титратор е снабден с персонализиран набор от стандартни методи. Стандартните методи са създадени от HANNA Instruments за провеждането на специфични анализи.

## Методи, дефинирани от потребителя

Дефинираните от потребителя методи му позволяват той да създава и запамятава свои собствени методи. Всеки нов метод е базиран на вече съществуващ такъв, който е модифициран, за да съответства на целите на изследванията.

## Подготовка за работа с титратора

### Настройки на титратора

- Уверете се, че всички съставни части на титратора са инсталирани и свързани правилно.
- Уверете се, че системата от съдове на титратора е изолирана от атмосферна влага.
- Сушителят трябва да бъде правилно и добре съхраняван и готов за употреба.

### Подбор на реагентите

Използваните реагенти трябва да бъдат подходящи според изискванията на анализите.

## Как да проведете първия анализ?

### Избор на метод

Например при анализ с използването на HI 9301EN Влага в разтворител, изберете метод като натиснете **Select method** от основния екран. С помощта на **Стрелка нагоре** и **Стрелка надолу** маркирайте метода **HI 9301EN Moisture in solvent**. След това натиснете **Select**.

След приключване на тези операции името на метода ще се изпише в най-горната част на екрана.

### Настройки за данните от анализите на титратора

Потребителите имат достъп до информацията, която се съхранява за всяко извършено титруване.

За да получите точна информация за всяко титруване, спазвайте следните операции:

Изберете **Results** от основния екран, за да се изпише **Data Parameters**.

Маркирайте **Setup Titration Report** и натиснете **Select**.

Маркирайте полетата, за да бъдат включени със символа \* посредством използването на **Стрелка нагоре** и **Стрелка надолу**. След това натиснете **Select**.

Натиснете **Save report** и след това **Escape**, за да се върнете на основния екран.

### Напълване на титрувалния съд с реагент

Титрувалният съд на титратора трябва да бъде пълен с реагент до над марката **MIN** – до 75 ml.

- Понижете тръбичката, по която преминава реагента, под нивото на течността в бутилката с реагент.
- Изберете **Start Air Pump** от основния екран.
- Натиснете и задръжте бутона **FILL**, който се намира отгоре на въздушната помпа.
- Изчакайте докато съдът се напълни с разтворител до марката **MIN**.
- Спрете въздушната помпа като натиснете **Stop Air Pump**, след което проверете приблизителното количество на реагента в съда.
- Повишете тръбичката, по която преминава реагента, над нивото на бутилката с реагент.

### Изпразване на титрувалния съд

- Уверете се, че тръбичките на системата са правилно свързани и че ще отведат количеството течност от титрувалния съд до отпадната бутилка.
- Натиснете бутона **Empty** докато отпадният реагент бъде отведен до предназначения за това съд и спрете помпата.
- Върнете тръбичките на системата в нормално положение.

### Подготовка на реагентите за пробите

Преди началото на титруването остатъчната влага от вътрешността на съда за титруване трябва да бъде отстранена.

Течни проби:

- Пробите с нисък вискозитет могат да бъдат добавени посредством спринцовка с игла – инжектиране през септата на капачката към титрувалния съд.
- Необходимо е използваната спринцовката да бъде претегляна преди и след добавянето на пробата с цел установяване на добавеното количество проба и повишаване на прецизността на изследването.

### Провеждане на титруване на избрана проба

За да анализирате дадена проба, изберете **Start Analysis** от основното меню. Титраторът ще започне анализ според избрания преди това метод. В края на титруването ще се изпише надпис **Titration Completed** заедно с измерените крайни концентрации на влагата в пробата, обемът на титранта, използван до достигане на крайната точка на титруване, както и допълнителна информация за проведения анализ.

### Разчитане на представената информация за титруването

По време на титруването можете да наблюдавате следните данни:

#### Моментна графика

Натиснете **VIEW GRAPH** по време на анализа, за да видите графиката, която се построява в момента на титруването, изразяваща отношението между електродния потенциал и титруваната вода.

За да видите конкретни данни или графиката от титруването след като то е приключило, натиснете **View Report**.

За да видите статистика за многократен анализ, натиснете **Average Results**.

Когато сте готови с разглеждането на данните, натиснете **Escape**, за да се върнете в основен режим.

## Резултати

Резултатите, получени по време на титруването, могат да бъдат запаметени и съхранявани в паметта на титратора, до която потребителят има постоянен лесен достъп. Данните могат да бъдат пренасяни на USB- или PC-устройство, като за удобство на потребителя могат да бъдат и принтирани.

## Достъп до данните от последното титруване

- Натиснет **Result**.
- На екрана ще се появят **Data Parameters**.
- Изберете **Review Last Titration Report** и натиснете **Select**.
- На екрана ще се появят **Review Results**.
- Използвайте бутоните **Page Up** и **Page Down**, за да достигнете до информацията, отнасяща се за последното титруване.

## Принтиране на резултатите

Свържете **DOS/Windows**-съвместим принтер директно към **DB 25**-конектора, намиращ се отзад на титратора.

- Изберете **Print Report** от менюто **Review Report**.
- По време на преноса на информация към принтера на дисплея на титратора се изписва **Printing**.
- Натиснете **Escape**, за да се върнете към **Data Parameters**.
- Натиснете **Escape** отново, за да се върнете към основното меню.

**Забележка:** Преди да свържете титратора и принтера, те трябва да бъдат изключени.

## Съхраняване на информация от титруванията на USB-устройство

- Свържете USB-устройство към USB-порта на апарата.
- Изберете **General Options**.
- Маркирайте **Save Files to USB Storage Device**, използвайки **Стрелка нагоре** и **Стрелка надолу**.
- Натиснете **Select**, за да се покаже **List of Files on Titrator**.
- Използвайте **Стрелка наляво** и **Стрелка надясно**, за да изберете вида на файла: **Report files**.
- Натиснете **Copy All**, за да пренесете информацията на или маркирайте името на файла, който желаете да пренесете и след това натиснете **Copy File**.
- Натиснете **Escape**, за да се върнете към **General Options**.
- Натиснете **Escape** отново, за да се върнете към основното меню.

## **Данни за титруванията**

Използвайки клавишите *Page Up* и *Page Down* можете да видите данните от проведените анализи и да изберете тези, които бихте желали да принтирате.

# **Подробни инструкции за работа с Karl Fischer Кулометричен Титратор HI 904**

## **Мерки за безопасност**

1. Никога не трябва да включвате или изключвате помпата докато титраторът е в работен режим.
2. Винаги проверявайте дали реагентите, отпадните бутилки, както и всички други съдове, прилежащи към титратора, са правилно свързани.
3. Винаги почиствайте корпуса на апарата веднага след евентуални разливи или изпръсквания.
4. Винаги избягвайте следните условия на работната среда:
  - Силни вибрации.
  - Пряка слънчева светлина.
  - Относителна атмосферна влажност над 80% без кондензация.
  - Температура на околната среда под 10°C и над 40°C.
  - Разположени в непосредствена близост отоплителни или охлаждащи източници.
  - Запалими и експлозивни материали.
5. Титраторът трябва да се обслужва само от квалифициран персонал.
6. Избягвайте вдишване на изпарения от рективите и контакт с химикалите.

## **Свързване на въздушната помпа**

Диафрагмената помпена система е проектирана да се свързва по специфичен начин с върха на бутилката с реагента. Това позволява минимален контакт на вътрешността на работната система на титратора с температурата и влагата на околната среда.

Свързването се извършва последния начин:

1. Изтеглете свързващия кабел от вътрешността на апарата. Свържете кабела с въздушната помпа. Конекторът на въздушната помпа се намира от лявата страна на устройството.
2. Сложете помпата на предназначения за нея място на титратора и я плъзнете към предната му част докато се фиксира от ключалките.
3. Закрепете въздушната помпа със заключващия винт.

## **Свързване на адаптера за реагентите**

Адаптерът за реагентите се поставя на предназначения за него място до това за въздушната помпа. Той се изважда лесно и е удобен за почистване.

Свързването се извършва по следния начин:

1. Поставете основата на адаптера на определеното за нея място върху корпуса на апарата и го плъзнете към предната му част докато се фиксира от ключалките.
2. Закрепете ключалките със заключващия винт.
3. Поставете стъклената тръбичка в отвора на основата. Ако има съпротивление, използвайте малко от специалната смазка, като я нанесете от външната страна на стените на стъклената тръбичка.

### **Съд за титруване**

Важно е да се отбележи, че титруването се извършва в затворен съд.

Основните характеристики на апарата в това отношение са следните:

- Устойчив, лесен за употреба, почистване и поддръжка.
- Всички стъклени клетки са произведени от шлифовано стъкло за ултра ниска пропускливост на водна пара и висока химическа устойчивост на Karl Fischer реагенти.
- Мястото, където се слага пробата, се затваря с лесна за смяна капачка, която осигурява бърз достъп до съда за титруване.

### **Инжектиране на пробата**

Входът за проба се състои от силиконова септа, която има функцията на преграда и се закрепя на отвора на капачката. Това позволява добавянето на течните проби в съда за титруване със спринцовка и игла, както и изолиранети на титрувалния съд от атмосферната влага. Силиконовата септа може да бъде лесно сменена, когато е необходимо, само с развиване на капачката.

### **Включване на титратора**

След като уредът сте свързали и инсталирали титратора, следвайте стъпките по-долу, за да го пуснете и за да бъде готов за работа:

- Свържете уреда към електрическата мрежа посредством захранващия адаптер.
- Включете титратора като използвате бутона, който се намира на гърба на уреда.
- Изчакайте, докато титраторът завърши процеса на инициализация.
- Натиснете **Enter**, ако този надпис се изпише на дисплея или изчакайте няколко секунди, за да премине в режим на готовност.

Всички процеси по инициализирането на апарата трябва да бъдат успешни. Ако някой от тях не е осъществен, титраторът трябва да бъде рестартиран от копчето за включване.

## **Описание на апарата**

### **Клавиатура**

Клавиатурата на титратора е организирана в пет категории, както следва:

#### **Функционални клавиши:**

***Start/Stop, Stir, Device, Results, ?***

Ако някой от тези клавиши бъде натиснат, кореспондиращата функция се изпълнява веднага, но трябва да се има предвид, че те могат да бъдат активни само при определен статус на апарата.

**Start/Stop** – стартира или спира титруването последователност

**Stir** – стартира или спира бъркалката (когато титраторът е в режим с информация за основното състояние)

**Device** – свързване на други устройства

**Results** – дава достъп до менюто с резултатите

**?** – предоставя текст за помощ

### **Клавиши с опции**

Тези бутони съответстват на виртуалните клавиши на дисплея. Техните функции са представени в полета непосредствено над бутоните и се променят в зависимост от статута и режима, в който се намира апарата. Определената функция се активира с натискане на съответния бутон.

### **Стрелки**

Тези клавиши изпълняват следните функции:

- Преместване на курсора на екрана.
- Увеличаване и намаляване на скоростта на бъркалката и други настройки.
- Избор на символ в буквено-цифрен режим на дисплея.
- Придвижват през опциите на съответните менюта.

### **Клавиши с номера**

Цифри от **0** до **9**: въвеждане на номера

Знак **+/-**: въвеждане на положителни и отрицателни стойности

Знак **десетична точка**: въвеждане на числа и стойности

Знак **e**: въвеждане и използване на експонент

### **Клавиш Enter**

Използва се за приемане на въведена буквена или цифрова информация, както и активиране на функцията съответстваща на даден клавиш с определена функция.

### **Дисплей**

Апаратът разполага с голям цветен графичен дисплей, даващ информация за:

- Дата и час
- Име на използвания метод
- Процесът, който се извършва в дадения момент
- Статус на извършващия се процес
- Скорост на разбъркване
- Напомняния или предупреждения
- Обем на използваните дози титрант
- Стойности за използваните обеми
- Стойности в mV



- Стойности на обезпеченото отклонение
- Полета с функциите, съответстващи на клавишите с опции

### **Екран с информация за основното състояние**

След стартиране и инициализиране на апарата, първият екран, който се визуализира на дисплея, е този с информация за основното състояние, включващ:

- Името на избрания метод
- Текущите дата и час
- Информация дали бъркалката е включена или изключена, както и зададената скорост на разбъркване
- Името на реагента, който се използва
- Напомняния и предупреждения

### **Екран с информация за процесите**

Когато потребителят натисне бутона **Start/Stop** докато екранът е в основно състояние, всички процеси в апарата се активират и на екрана се появява информация за процесите, включващ:

- Името на избрания метод
- Текущите дата и час
- Етапи на процеса
  - Pre-titration – пре-титруване (предварително титруване)
  - Drift Analysis – изчисляване на отклоненията
  - Standby – състояние на готовност
  - Sample Analysis – анализ на пробата
- Развитие на процеса – представено със стойности и графики
- Стойности в mV – представя се Карл Фишер електродният потенциал
- Последната доза
- Стойността на нулираното отклонение
- Информация дали бъркалката е включена или изключена, както и зададената скорост на разбъркване
- Напомняния и предупреждения

### **Операции в менюто**

- Избор на опции посредством използването на клавишите с опции
- Избор на компонент от менюто посредством използването на клавишите **Стрелка нагоре, Стрелка надолу, Page Up, Page Down** и неговото активиране посредством използването на клавишите **Enter** или **Select**.

### **Въвеждане на текст**

Необходимо първо да изтриете предходния с използването на клавиша **Delete Letter**. За да въведете текст използвайте клавиша **Enter**. Ако е необходимо да редактирате текста използвайте клавишите **Cursor Left** и **Cursor Right**. Когато сте въвели текста, който желаете, натиснете клавиша **Accept** и след това **Escape** без да запазвате промените.

Модификации могат да бъдат превени в режим на екрана **View/Modify Method**. Когато всички желани параметри бъдат променени, натиснете клавиша **Escape**.

### **Запазване на промените**

Режимът на екрана **Saving Method** позволява на потребителя да запазва направените модификации. За да излезете от режима **Saving Method** без да запазвате направените промени, натиснете клавиша **Escape** или маркирайте полето с надис **Exit Without Saving Method**. Ако желаете да запазите модифицираните параметри маркирайте полето с надис **Save Method**.

## **Титруване на пробата**

### **Pre-titration – Пре-титруване (предварително титруване)**

По време на този етап от титрувалния процес апаратът извършва самостоятелно елиминиране на остатъчната вода в титрувалния съд, титрувалната система като цяло и реагентите, които се използват за титруването. Това се извършва посредством взаимодействието на съдържащата се вода (влага) и електролитично генерирания йод до достигане на специфична крайна точка, отговаряща на пълно елиминиране на водното съдържание. След достигане на това ниво на нулево съдържание на вода апаратът автоматично преминава към следващия етап на титруване.

### **Drift Analysis – Изчисляване на отклоненията**

По време на този етап от титрувалния процес апаратът извършва самостоятелно титруване, елиминиране и изчисляване на номиналното количество вода (влага), постъпващо (мигриращо) в системата, въпреки че тя е напълно плътно затворена и подсигурена със сушителни клетки. Това количество вода (влага) автоматично се изважда (приспада) от количеството вода, измерено от апарата при същинския анализ на опраделена проба. Това е важно и необходимо, особено при анализ на проби с ниско съдържание на вода, което прави апаратът още по-прецизен и точен в измерванията. След този анализ за изчисляване на отклоненията апаратът автоматично преминава към следващия етап на титруване.

### **Standby – Състояние на готовност**

Достигането на този етап от титрувалния процес гарантира, че водното съдържание в титрувалната система е елиминирано, че количеството на постъпващата в титрувалната система вода е изчислено и че то ще бъде извадено (приспаданото) от измереното водно съдържание при анализа на избраната конкретна проба.

### **Sample Analysis**

За да се пристъпи към същинското титруване, следват две необходими действия:

- Добавяне на пробата – измереното количество проба се инжектира през септата на отвора, предназначения за добавяне на пробата в титрувалния съд.
- Въвеждане на количеството на пробата – пресметнатото количество проба се въвежда ръчно посредством клавиатурата на титратора.

### Ръчно приготвяне и добавяне на пробата:

1. Използвайте дълга игла и достатъчно голяма спринцовка според предвидения обем на пробата.
2. Промийте иглата и спринцовката, които ще използвате, няколко пъти, като използвате малко количество от пробата, която ще анализирате – вземете малко от пробата, изтеглете напълно буталото на спринцовката, разклатете, за да промиете вътрешността им, след което изхвърлете съдържанието в отделен отпадъчен съд.
3. При анализ на проби с много ниско съдържание на вода, при последното промиване на иглата и спринцовката не трябва да се изтегля въздух, тъй като това може значително да овлажни пробата.
4. Изтеглете достатъчно количество проба за провеждане на анализа.
5. Избършете иглата с кърпа, която не оставя влакнца.
6. Претеглете количеството проба на прецизна везна като поставите напълнената спринцовка на тегловното блюдо на везната и я нулирате.
7. Промушете иглата през септата и я доближете непосредствено до повърхността на реагента без да я потопявате.
8. Натиснете бутона **Sample Analysis** (под дисплея на апарата) и изпуснете цялата проба наведнъж в титрувалния съд като се уверите, че цялото количество е добавено, след което потопете бързо върха на иглата в реагента и извадете спринцовката обратно през септата.
9. Поставете отново вече празната спринцовка на везната и въведете отчетеното количество в титратора посредством цифрите на клавиатурата му.
10. Натиснете бутона **Start Analysis** (под дисплея на апарата), за да започне анализа.

Развитието на анализа може да бъде наблюдавано с промяната на стойността на числото или на моментна графика, показваща титрувалната крива, която се визуализира при натискането на бутона **View Graph** (под дисплея на апарата).

Крайт на анализа се отбелязва с изписване на надписа **Titration Completed** и показване на стойността на отчетения резултат.