



国家示范性高职院校优质核心课程系列教材

分析仪器使用与维护

■ 肖彦春 胡克伟 主编

FENXI YIQI
SHIYONG YU
WEIHU



化学工业出版社

国家示范性高职院校优质核心课程系列教材

分析仪器使用与维护

肖彦春 胡克伟 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是国家示范性高职院校优质核心课程系列教材之一。全书以职业能力为依据,以分析仪器为载体,以工作过程为主线,按照一体化教学和工作过程系统化的教学思想,开发出了4个学习模块,分别是常用自动分析仪器的使用与维护、电化学分析仪器的使用与维护、光学分析仪器的使用与维护、色谱分析仪器的使用与维护,这四个模块下又细分为11个学习项目,合计39个工作任务。在每个工作任务后设有阅读材料,以利于进一步拓展理论知识。各个项目的任务实施记录单、操作技能考核表和知识测试题汇集成《学生实践技能训练工作手册》,本书可作为高职高专院校农业、食品、生物、医药类专业师生的教学用书,也可作为其他相关专业人员的参考用书。便于理实一体化教学的实施。

图书在版编目(CIP)数据

分析仪器使用与维护/肖彦春,胡克伟主编. —北京:化学工业出版社,2011.5
国家示范性高职院校优质核心课程系列教材
ISBN 978-7-122-10908-8

I. 分… II. ①肖…②胡… III. ①分析仪器-使用②分析仪器-维修 IV. TH830.7

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第054623号

责任编辑:李植峰

文字编辑:李 玥

责任校对:吴 静

装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 装:北京市兴顺印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张20¼ 字数516千字 2011年6月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:35.00元

版权所有 违者必究

“国家示范性高职院校优质核心课程系列教材”
建设委员会成员名单

主任委员 蒋锦标

副主任委员 荆 宇 宋连喜

委 员 (按姓名汉语拼音排序)

蔡智军	曹 军	陈杏禹	崔春兰	崔颂英
丁国志	董炳友	鄂禄祥	冯云选	郝生宏
何明明	胡克伟	贾冬艳	姜凤丽	姜 君
蒋锦标	荆 宇	李继红	梁文珍	钱庆华
乔 军	曲 强	宋连喜	田长永	田晓玲
王国东	王润珍	王艳立	王振龙	相成久
肖彦春	徐 凌	薛全义	姚卫东	邹良栋

《分析仪器使用与维护》编写人员

主 编 肖彦春 胡克伟

副 主 编 魏丽红 关秀杰 高 涵 燕香梅

编写人员 （按姓名汉语拼音排列）

陈丽娟（大连理想食品有限公司）

高 涵（辽宁农业职业技术学院）

关秀杰（辽宁农业职业技术学院）

郝生宏（辽宁农业职业技术学院）

胡克伟（辽宁农业职业技术学院）

蒋 辉（大连农产品质量安全检测中心）

雷恩春（辽宁农业职业技术学院）

李文一（辽宁农业职业技术学院）

王成义（大连真爱果业有限公司）

魏丽红（辽宁农业职业技术学院）

肖彦春（辽宁农业职业技术学院）

燕香梅（沈阳市农业检测中心）

张建平（辽宁农业职业技术学院）

郑虎哲（辽宁农业职业技术学院）

主 审 张广才（沈阳农业大学）

序

我国高等职业教育在经济社会发展需求推动下，不断地从传统教育教学模式蜕变出新，特别是近十几年来在国家教育部的重视下，高等职业教育从示范专业建设到校企合作培养模式改革，从精品课程遴选到双师队伍构建，从质量工程的开展到示范院校建设项目的推出，经历了从局部改革到全面建设的历程。教育部《关于全面提高高等职业教育教学质量的若干意见》（教高〔2006〕16号）和《教育部、财政部关于实施国家示范性高等职业院校建设计划，加快高等职业教育改革与发展的意见》（教高〔2006〕14号）文件的正式出台，标志着我国高等职业教育进入了全面提高质量阶段，切实提高教学质量已成为当前我国高等职业教育的一项核心任务，以课程为核心的改革与建设成为高等职业院校当务之急。目前，教材作为课程建设的载体、教师教学的资料和学习依据，存在着与当前人才培养需要的诸多不适应。一是传统课程体系与职业岗位能力培养之间的矛盾；二是教材内容的更新速度与现代岗位技能的变化之间的矛盾；三是传统教材的学科体系与职业能力成长过程之间的矛盾。因此，加强课程改革、加快教材建设已成为目前教学改革的重中之重。

辽宁农业职业技术学院经过十年的改革探索和三年的示范性建设，在课程改革和教材建设上取得了一些成就，特别是示范院校建设中的32门优质核心课程的物化成果之一——教材，现均已结稿付梓，即将与同行和同学们见面交流。

本系列教材力求以职业能力培养为主线，以工作过程为导向，以典型工作任务和生产项目为载体，立足行业岗位要求，参照相关的职业资格标准和行业企业技术标准，遵循高职学生成长规律、高职教育规律和行业生产规律进行开发建设。教材建设过程中广泛吸纳了行业、企业专家的智慧，按照任务驱动、项目导向教学模式的要求，构建情境化学习任务单元，在内容选取上注重了学生可持续发展能力和创新能力培养，具有典型的工学结合特征。

本套以工学结合为主要特征的系列化教材的正式出版，是学院不断深化教学改革，持续开展工作过程系统化课程开发的结果，更是国家示范院校建设的一项重要成果。本套教材是我们多年来按农时季节工艺流程工作程序开展教学活动的一次理性升华，也是借鉴国外职教经验的一次探索尝试，这里面凝聚了各位编审人员的大量心血与智慧。希望该系列教材的出版能为推动基于工作过程系统化课程体系建设和促进人才培养质量提高提供更多的方法及路径，能为全国农业高职院校的教材建设起到积极的引领和示范作用。当然，系列教材涉及的专业较多，编者对现代教育理念的理解不一，难免存在各种各样的问题，希望得到专家的斧正和同行的指点，以便我们改进。

该系列教材的正式出版得到了姜大源、徐涵等职教专家的悉心指导，同时，也得到了化学工业出版社、中国农业大学出版社、相关行业企业专家和有关兄弟院校的大力支持，在此一并表示感谢！

蒋锦标

2010年12月

前 言

本教材是在教育部推进国家示范性高职院校建设及高职院校全面开展课程体系和教学内容改革的背景下，根据当前农产品质量检测行业、食品检测行业对人才的需求情况，按照行业和职业岗位（群）的任职要求，参照相关的职业资格标准，由教学一线的骨干教师和行业企业专家共同参与编写的工学结合特色教材。

教材中借鉴了国内外先进的教学理念和教学方法，在编写框架构建上，打破了以知识体系为主线的传统编写模式，以职业能力为依据，以分析仪器为载体，以工作过程为主线，按照一体化教学和工作过程系统化的教学思想，开发出了4个学习模块，11个学习项目，39个工作任务。针对每一个工作任务填充与技能相对应的必需知识点，通过阅读材料进一步拓展理论知识。教材中的每一个项目均设计有任务实施记录单、操作技能考核表和知识测试题，并汇集成《学生实践技能训练工作手册》，与教材配套，便于一体化教学的实施。学生通过完成模块中的各项工作任务，以达到知行合一的目的，有利于学生深入掌握学习内容，同时提高自身的实践能力和职业素质。

本书由肖彦春和胡克伟担任主编，关秀杰、魏丽红、高涵、燕香梅担任副主编，全书的统稿工作由肖彦春和胡克伟负责。参加编写人员的分工如下。模块一由肖彦春、高涵、雷恩春和郝生宏编写；模块二由高涵、肖彦春、李文一编写；模块三由魏丽红、燕香梅编写；模块四由肖彦春、胡克伟、关秀杰和郑虎哲编写。全书的图片由张建平负责绘制和技术处理。王成义、燕香梅、陈丽娟、蒋辉等参加了本书典型工作任务的提取和策划工作。全书由张广才担任主审。

由于编者水平有限，书中疏漏和错误之处在所难免，恳望同仁不吝赐教，并欢迎各位读者批评指正，谢谢！

编者

2011年1月

目 录

模块一 常用自动分析仪器的使用与维护	1
项目 1 凯氏定氮仪的使用与维护	2
任务 1 KDY-9820 凯氏定氮仪的结构认知	2
任务 2 KDY-9820 凯氏定氮仪的安装	6
任务 3 KDY-9820 凯氏定氮仪的调试	7
任务 4 KDY-9820 凯氏定氮仪的操作	9
项目 2 粗脂肪测定仪的使用与维护	14
任务 1 SZF-06 型粗脂肪测定仪的结构认知	14
任务 2 粗脂肪测定仪的操作	17
项目 3 粗纤维测定仪的使用与维护	22
任务 1 粗纤维测定仪的结构认知	22
任务 2 粗纤维测定仪的安装及操作	25
模块二 电化学分析仪器的使用与维护	33
项目 4 酸度计的使用与维护	34
任务 1 酸度计的结构认知	34
任务 2 酸度计的安装及操作	39
项目 5 电导率仪的使用与维护	47
任务 1 电导率仪的结构认知	47
任务 2 电导率仪的安装及其操作	49
项目 6 电位滴定仪的使用与维护	57
任务 1 ZD-2 型自动电位滴定仪的结构认知	57
任务 2 ZD-2 型自动电位滴定仪的安装	61
任务 3 电位滴定仪测定 mV 及 pH	65
任务 4 利用电位滴定仪进行电位滴定分析	66
模块三 光学分析仪器的使用与维护	71
项目 7 旋光仪的使用与维护	72
任务 1 旋光仪的结构认知	72
任务 2 旋光仪的操作	76
项目 8 722 型分光光度计的使用与维护	82
任务 1 722 型分光光度计的结构认知	82
任务 2 722 型分光光度计的操作	87
任务 3 722 型分光光度计的校正	92
项目 9 原子吸收分光光度计的使用与维护	100
任务 1 原子吸收分光光度计的结构认知	100
任务 2 原子吸收分光光度计的安装	106

任务 3	原子吸收分光光度计的调试	111
任务 4	利用原子吸收分光光度计测定待测样品	116
模块四	色谱分析仪器的使用与维护	135
项目 10	气相色谱仪的使用与维护	136
任务 1	气相色谱仪的结构认知	136
任务 2	气相色谱仪的安装和气路系统连接及检漏	149
任务 3	气相色谱仪进样口及色谱柱的安装	155
任务 4	气相色谱载气流量的测定和校正	161
任务 5	气相色谱仪控制面板的操作	164
任务 6	GC9790 型气相色谱仪 ECD 检测器操作	172
任务 7	GC9790 型气相色谱仪 FID 检测器操作	179
任务 8	GC9790 型气相色谱仪 FPD 检测器操作	182
项目 11	高效液相色谱仪的使用与维护	188
任务 1	液相色谱仪的结构认知	188
任务 2	FL2200 型液相色谱仪的液路系统的连接	198
任务 3	进样阀、色谱柱、检测器及色谱工作站的安装	202
任务 4	FL2200 型高效液相色谱仪高压输液泵的操作使用	206
任务 5	FL2200 型高效液相色谱仪紫外检测器的操作使用	213
任务 6	N2000 色谱工作站的使用	217
参考文献		235

模块一

常用自动分析仪器的使用与维护

.....

学习内容

凯氏定氮仪、粗脂肪测定仪及粗纤维测定仪的结构组成及其作用；各仪器的工作原理；各仪器的安装、调试；各仪器的操作流程、注意事项及日常维护与保养。

.....

项目1 凯氏定氮仪的使用与维护

预期学习目标

- ◆ 能够准确说出凯氏定氮仪各组成部分的名称及作用；
- ◆ 能够独立对凯氏定氮仪各辅助部件进行安装；
- ◆ 能够正确调试凯氏定氮仪；
- ◆ 能够独立熟练操作凯氏定氮仪；
- ◆ 掌握凯氏定氮仪操作时的注意事项；
- ◆ 能够对凯氏定氮仪出现的故障进行排除及日常维护；
- ◆ 能按照说明书制定出不同型号凯氏定氮仪的操作规程；
- ◆ 能够运用凯氏定氮工作原理和所掌握的操作技能，对实际样品分析设计合理的方案，并独立使用凯氏定氮仪完成分析任务；
- ◆ 具备解决问题的动手能力、制定完善工作计划的决策能力。

具体工作任务

- ① 凯氏定氮仪的结构认知；
- ② 凯氏定氮仪的安装；
- ③ 凯氏定氮仪的调试；
- ④ 凯氏定氮仪的操作。

任务 1 KDY-9820 凯氏定氮仪的结构认知

任务目标

- 能够认识 KDY-9820 型凯氏定氮仪的各部分结构；
- 可熟练操作 KDY-9820 型凯氏定氮仪的操作键盘；
- 知道常用凯氏定氮仪的型号及特点；
- 根据凯氏定氮法的原理，理解凯氏定氮仪碱解蒸馏过程。

KDY-9820 型凯氏定氮仪是对消解完全后的样品进行自动加碱、向接收三角瓶中自动加硼酸吸收液，并可以自动蒸馏的系统。该系统主要由微型计算机控制器和蒸汽发生器、蒸馏系统、加碱系统、加硼酸系统所组成，主要用来检测粮食、食品、乳制品、饮料、饲料、土壤、水、药物、沉淀物和化学品等中的氨氮、蛋白质氮等含量。

一、KDY-9820 型凯氏定氮仪主要技术指标

- ① 测定样品量：固体 $<5\text{g}$ /样品，液体 $<15\text{mL}$ /样品。
- ② 蒸馏速度： $15\sim 20\text{mL}/\text{min}$ 。
- ③ 回收率： $100\%\pm 1\%$ 。
- ④ 电源电压：AC 220V，频率 50Hz。
- ⑤ 耗电功率：1.2kW。

- ⑥ 冷却水压：0.15MPa。
- ⑦ 冷却水温：低于 20℃（高于 20℃时影响蒸馏速度）。
- ⑧ 环境温度：10~30℃。

二、凯氏定氮仪的外形结构

凯氏定氮仪的结构见图 1-1 和图 1-2。

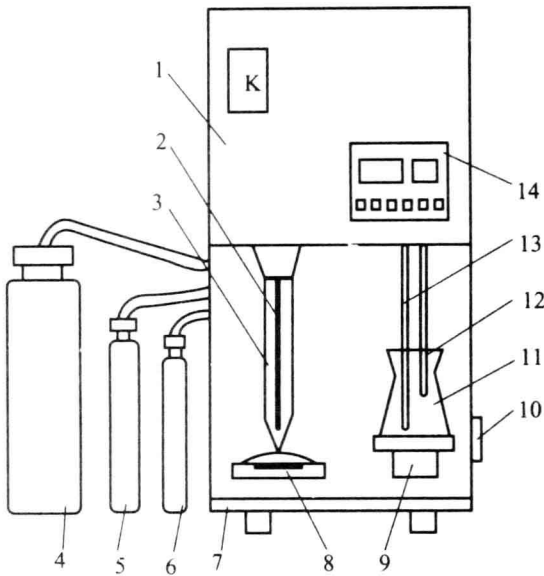


图 1-1 凯氏定氮仪的正面结构

- 1—前罩（内部装有蒸馏器及冷凝器）；2—蒸汽管；
3—样品消煮管；4—加水桶；5—加硼酸桶；
6—加碱液桶；7—接液槽；8—消煮管托盘；
9—三角瓶滑动托盘；10—电源开关；
11—三角瓶；12—加硼酸吸收液管；
13—冷凝液管；14—操作盘

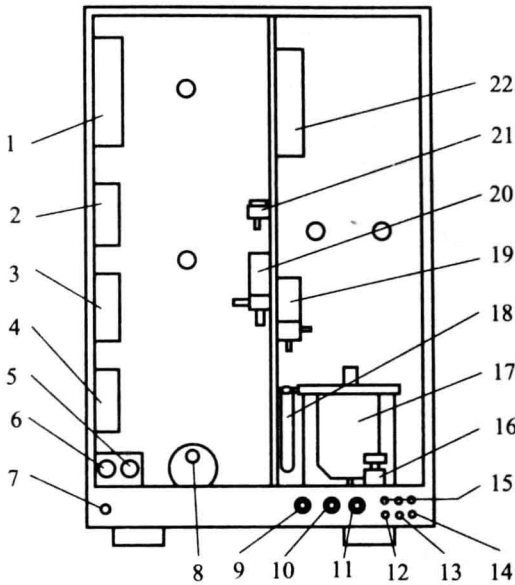


图 1-2 凯氏定氮仪的背面结构

- 1—计算机程控板；2—加热单元控制器；3— 5V 电源；
4— 24V 电源；5— 15A 保险管；6— 5A 保险管；
7—电源线；8—托盘配重；9—冷水入口；
10—冷凝水排出口；11—蒸汽发生器排水出口；
12—蒸汽发生器供水入口；13—硼酸吸收液入口；
14—碱液入口；15—压缩空气出口；16—蒸汽发
生器排水节门；17—蒸汽发生器；18—液位器；
19—电磁阀：碱阀（红色）、蒸汽阀（黄色）、
水阀（蓝色）；20—硼酸电磁阀（绿色）；
21—放气头（白头）；22—电磁气泵

三、凯氏定氮仪各部件的作用

- ① 蒸汽管：通过加热，水蒸气从这里流出。
- ② 消煮管：用于盛装样品溶液。
- ③ 加水桶：用于盛装蒸馏水。
- ④ 加酸桶：用于盛装硼酸溶液。
- ⑤ 加碱桶：用于盛装氢氧化钠溶液。
- ⑥ 接液槽：用于接收一些溢出的液体。
- ⑦ 三角瓶：用于装硼酸溶液并接收流出液。
- ⑧ 加硼酸管：用于加硼酸流出液。
- ⑨ 冷凝液管：用于导出挥发的氨气。

四、工作仪器操作盘图及各按键的作用

仪器操作盘是薄膜轻触键式的，两位数码显示，盘面见图 1-3。

- ① 工作状态显示：当硼酸、加碱、蒸馏转台指示灯分别亮时，在按【启动】键后切换到工作过程状态；在按【转换】键后切换到工作过程时间设定状态。

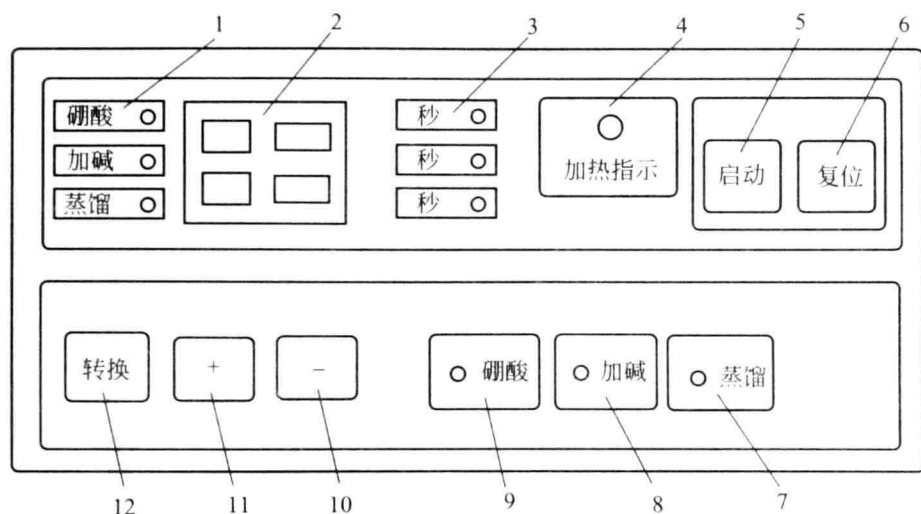


图 1-3 KDY-9820 型凯氏定氮仪操作键盘

1—工作状态显示；2—工作状态时间显示；3—时间单位显示；4—蒸汽发生器加热指示；
5—【启动】键；6—【复位】键；7—【蒸馏】键；8—【加碱】键；9—【硼酸】键；
10—【-】键；11—【+】键；12—【转换】键

② 工作状态时间显示：显示各种状态的工作时间。

③ 时间单位显示：秒、分。

④ 蒸汽发生器加热指示。

⑤ 【启动】键：按一次后，仪器进入加硼酸、加碱、蒸馏各延时工作状态，完成一次自动定氮蒸馏过程。

⑥ 【复位】键：按一次后，仪器恢复到初始状态，原设定时间量被清除。当仪器工作程序被干扰时，按一次键恢复。

⑦ 【蒸馏】键：按一次后，直接进入蒸馏状态，再按一次，关闭。

⑧ 【加碱】键：按一次后，直接进入加碱状态，再按一次，关闭。

⑨ 【硼酸】键：按一次后，直接进入加硼酸状态，再按一次，关闭。

⑩ 【-】键：各种工作状态时间设定减量键。

⑪ 【+】键：各种工作状态时间设定增量键。

⑫ 【转换】键：选择各种状态并设定工作时间。

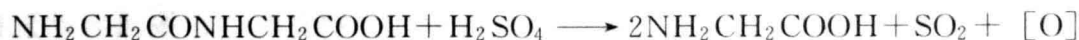
知识补充

一、凯氏定氮法

凯氏定氮法 (Kjeldahl method, 全称凯耶达尔定氮法, 简称凯氮法) 是分析化学中一种常用的确定有机化合物中氮含量的检测方法。这种方法是由丹麦人凯耶达尔在 1883 年发明的。目前, 普遍采用凯氏定氮法对土壤、食品、农产品、饲料以及一些物质进行氮、蛋白质含量的测定。凯氏定氮法测定试样时, 需经过消解、蒸馏、滴定三个过程。

1. 样品的消解

含氮的有机化合物与硫酸和催化剂一同加热消化, 使有机氮分解, 分解的氮与硫酸结合生成硫酸铵。反应式为:





样品经过消解后，试样中的有机氮转化为无机氮，再将消解后的样品用图 1-4 所示的蒸馏装置进行碱解蒸馏。

2. 碱解蒸馏

按图 1-4 装好定氮装置，于蒸汽发生器内装水约 2/3 处，加甲基红指示剂数滴及硫酸数毫升，以保持水呈酸性，加入数粒玻璃珠以防暴沸，用调压器控制，加热煮沸蒸汽发生器内的水。向接收瓶内加入硼酸溶液及混合指示剂，并使冷凝管的下端插入液面下，吸取一定量样品消化液由进样漏斗流入蒸馏瓶内，并用一定量水洗涤小烧杯使流入蒸馏瓶内，用一棒状玻璃塞将漏斗处塞紧。将氢氧化钠溶液倒入进样漏斗内，提起玻璃塞使其缓慢流入反应室，立即将玻璃盖塞紧，并加水于漏斗内以防漏气。夹紧螺旋夹，在热蒸汽下进行碱解蒸馏，蒸汽通入反应室使氨通过冷凝管而进入接收瓶内。

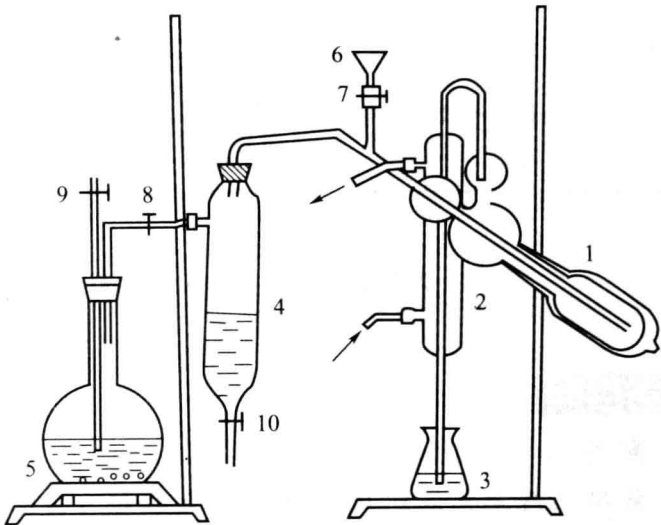
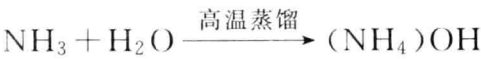
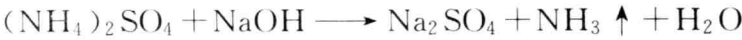


图 1-4 半微量蒸馏装置

- 1—蒸馏瓶；2—冷凝管；3—接收瓶；4—分水管；
5—蒸汽发生器；6—加碱小漏斗；
7、8、9—螺旋夹；10—开关

碱解蒸馏过程主要完成下列化学反应：



3. 滴定

硼酸吸收后的溶液用标准酸液进行滴定，反应式如下：



二、常用凯氏定氮仪的型号及特点

表 1-1 列出了目前实验室常用的凯氏定氮仪的生产厂家、型号、性能指标和主要技术指标，以供参考。

表 1-1 常用凯氏定氮仪的生产厂家、型号、性能指标与主要技术指标

生产厂家	仪器型号	性能与主要技术指标
浙江托普仪器有限公司	ZDDN-II	工作方式:自动(不含滴定);样品量:固体 5g/样品,液体 15mL/样品;测定范围:0.1~200mg 氮(含氮量 0.02%~95%);回收率:100%±1%(相对误差,包括消化过程);蒸馏速度:<5min/样品;冷却水消耗:2L/min;重复率:相对标准偏差<±1%;供电:AC220V,50Hz;供水:水压大于 0.15MPa,水温小于 20℃;外形尺寸 430mm×360mm×760mm;质量:30kg
	KDN 系列	工作方式:半自动;样品量:固体 5g/样品,液体 15mL/样品;测定范围:1~200mg 氮(含氮量 0.02%~95%);回收率:100%±1%相对误差,包括消化过程;蒸馏速度:<5min/样品;冷却水消耗:2L/min;重复率:相对标准偏差<±1%;供电:AC220V,50Hz;供水:水压大于 0.15MPa,水温小于 20℃;外形尺寸:430mm×360mm×760mm;质量:30kg
上海洪纪仪器设备有限公司	ATN-300	工作方式:全自动;测定样品量:固体<5g/个,液体<15mL/个;测定范围:0.1~200mg 氮(含氮量 0.02%~95%);回收率:100%±1%(相对误差,包括消化过程);重复率:<±1%;蒸馏速度:<5min/样品;冷却水消耗:2L/min;工作电压:AC 220V,50Hz;功率:800W;外形尺寸:380mm×400mm×820mm;质量:26kg

续表

生产厂家	仪器型号	性能与主要技术指标
意大利 VELP 公司	IT61M/ UD K142	重复精度:≤1%;氮回收率:≥99.5%(1~200mg 氮范围内);检测范围:0.1~200mg 氮;检测下限:0.1mg 氮;蒸馏时间:2~30min,可设;设置蒸汽流量:10%~100%;冷却水用量:0.5(15℃)~1L/min(30℃)
丹麦福斯集团	Kjeltec 2300	测定范围:0.1~200mg 氮;蒸馏时间:3.5min/样品(30mg 氮);蒸馏能力:40mL/min;滴定精度:2.4μL/步;重复率:RSD1%;回收率:≥99.5%(1~200mg 氮);数据存储:40 批(软件可无限制储存);试管排空:200mL 在 10s 内完成;试剂泵体积:0~150mL,10mL/级;延迟时间:0~1800s;SAFE:0~15s;进样器能力:20 位/60 位

任务 2 KDY-9820 凯氏定氮仪的安装

任务目标

- 熟悉凯氏定氮仪安装条件;
- 能够熟练地安装凯氏定氮仪冷凝水管、排水管;
- 能独立连接酸、碱、蒸馏水桶;
- 具备凯氏定氮仪日常维护与保养的能力。

一、安装位置图

图 1-5 为凯氏定氮仪安装较合适的位置图。

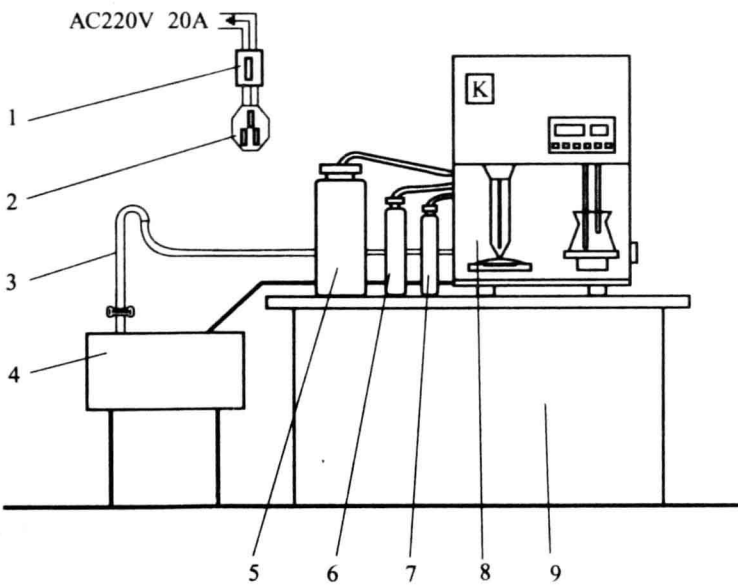


图 1-5 凯氏定氮仪安装位置

1—电源开关; 2—电源插座; 3—自来水; 4—排水池; 5—加水桶; 6—硼酸加液桶;
7—碱加液桶; 8—仪器; 9—工作台

二、安装

- ① 参照安装位置图平稳放置仪器。
- ② 按图 1-2 所列各管接口接管。
 - a. 冷水入口 9 接自来水。
 - b. 冷凝水排出口 10、蒸汽发生器排水出口 11 分别接排水管,放入排水池,并使它们排水通畅。

c. 蒸汽发生器供水入口 12、硼酸吸收液入口 13、碱液入口 14 分别接加水桶、硼酸加液桶、碱加液桶出液口，三个压缩空气出口 15 分别接三个加液桶进气口。

③ 请电工人员安装配电。

知识补充

一、凯氏定氮仪的安装条件

① 本仪器应避免安装在阳光直射及过冷、过热或潮湿的地方，一般室内温度应保持在 $10\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。

② 本仪器应安装在离水源和排水池较近的地方，并有电源插座的工作位置上，供水截门和电源位置距离仪器均不应超过 1m，以保证排水通畅。

③ 电源配置应符合供电条件要求。必须接有地线，有单独供电开关和保险装置，确保操作者的用电安全。

④ 本仪器应安装在远离大的用电设备处，工作场地无振动、无腐蚀性气体、无强电磁场干扰。

二、凯氏定氮仪的维护与保养

① 仪器应安装在符合上述安装条件的地方使用，还要保持良好的通风，因为仪器内有热源，同时又有计算机工作，所以应有良好的散热条件。

② 仪器前部槽皿中，若积有液体应经常擦净。

③ 仪器使用后，在加热器上会结有水垢，它将影响加热效率。若水垢过厚，在关机状态下，断电，可将蒸汽发生器顶上的一个旋塞拧下，在管口处插入一个小漏斗，注入除垢剂或冰醋酸（也可用稀释后的硫酸）清洗水垢。清洗后，打开机箱内蒸汽发生器排水截门将水排净，并加入清水多次清洗。

④ 加碱液桶、加硼酸桶应定期清理沉淀物并洗净。

任务3 KDY-9820 凯氏定氮仪的调试

任务目标

能够选择合适的使用水；

会进行加硼酸、加碱液的调整；

会进行接收液调整；

会进行蒸馏工作、自动蒸馏工作过程的调整。

一、调试前的准备

水桶内加入供蒸馏使用的水，约 10L，将桶盖拧紧，不得有气泄漏。接通电源，按仪器左侧电源开关，指示灯亮，装空消煮管和三角瓶于仪器托盘上。

二、加硼酸、加碱液的调整

硼酸桶加入有混合指示剂的 2% 硼酸溶液，碱桶加入 30%~40% 氢氧化钠溶液，拧紧桶盖。等待几分钟后，检查两液桶内空气是否充满，若充满时，液桶即鼓胀。按动【硼酸】键，使硼酸液能够加到三角瓶中，待正常后再按【硼酸】键停止加硼酸液。按动【加碱】

键,使碱液能够加到消煮管中,待加碱液正常后再按【加碱】键停止加碱液。

三、加硼酸液、加碱液定量的调整

先将空三角瓶、消煮管分别放在托盘上,按【转换】键,将加硼酸液时间设定为3~5s,再将加碱液时间设定为3~5s,按【启动】键。待加硼酸液、加碱液结束后,将三角瓶托盘按下一次,完成一个工作过程后,用量液桶分别称量三角瓶内的硼酸液和消煮管内的碱液,把液量除以加液时间,计算得到每秒钟的加液量。以后工作中的加液定量,可根据需用量计算出所需加液量时间,按此时间设定加液量。

四、接收液定量的调整

三角瓶托盘是一套可上下移动的机械机构,它由后面的配重盘前后位置来确定,当三角瓶内接收液体达到一定量时即可自由落下,使接收液管脱离液面,而后蒸馏过程停止。三角瓶内接收液体量一般为100mL左右(液体量增加则蒸馏时间延长)。确定接收液体量的方法是在容量为150mL的三角瓶内加入需要接收的液体量,把它放在托盘上,调整机内配重距离,使托盘能自由落下。

五、蒸馏工作的调整

打开自来水开关,调整给水量,使仪器冷凝供水正常。按【蒸馏】键,进入蒸馏工作状态,当蒸汽发生器内水位达到标准后,加热指示灯亮,待有蒸汽产生后,蒸馏正常,再按【蒸馏】键关闭蒸馏。仪器已预定在约100mL接收液体量。

六、自动工作过程的调整

在前几项工作完成后,根据需要设定加硼酸液时间和加碱液时间,将三角瓶、消煮管分别放在托盘上,按【启动】键,仪器将先显示加硼酸液时间过程,按秒计时。再显示加碱液时间过程,按秒计时。之后显示蒸馏时间过程,按分计时。当三角瓶内接收液体达到预定量后自由落下,蒸馏将自动延长一段时间后结束,显示窗显示闪动的“E”,并发出“嘀-嘀-嘀”的提示音约6s,而后返回到初始状态,显示窗显示闪动的“P”,此时表示自动工作过程正常。

若设定的加硼酸时间或加碱液时间为零,则自动工作过程完成后,显示窗显示“E”不闪动,发出“嘀-嘀-嘀”的提示音(约2s)。若按下【启动】键时,三角瓶托盘仍处于下端,显示窗显示自下而上闪动的“-”符号,并发出“嘀-嘀-嘀”的提示音,提示应放空三角瓶在托盘上,使托盘升起。

知识补充

一、水桶内水的选择要求

- ① 使用蒸馏水为佳。
- ② 使用自来水,应保证水质良好,可直接使用。但易结水垢,影响加热效率。

二、化学试剂的准备

① 40%氢氧化钠溶液的配制:称取400g氢氧化钠,溶解在600mL蒸馏水中,配制1L氢氧化钠溶液,将其加入碱液桶中,不能有气体泄漏。

② 2%硼酸溶液的配制:将配好的2%硼酸溶液3~5L加到硼酸液桶中,将桶盖拧紧,不得有气体泄漏。

③ 0.01mol/LHCl标准溶液的配制:量取0.9mL盐酸,缓慢注入1000mL水,然后标定。

④ 混合指示剂:1份0.1L甲基红乙醇溶液与5份0.1L溴甲酚绿乙醇溶液临用时混合;