

HI933

MÁY CHUẨN ĐỘ VOLUMETRIC KARL FISCHER



Cảm ơn bạn đã chọn sản phẩm của Hanna Instruments.

Vui lòng đọc kỹ Hướng dẫn nhanh này trước khi sử dụng máy. Bảng hướng dẫn này sẽ cung cấp cho bạn những thông tin cần thiết để sử dụng đúng máy chuẩn độ.

Mục đích của hướng dẫn này là trình bày nhanh tổng quan về cài đặt và sử dụng máy. Để biết thêm thông tin chi tiết minh họa các khả năng mở rộng của máy chuẩn độ, vui lòng xem thêm ở phần Hướng dẫn sử dụng. Nếu cần hỗ trợ thêm, vui lòng liên hệ với chúng tôi qua website www.hannavietnam.com.



INTRODUCTION

HI933 là thiết bị chuẩn độ tự động volumetric Karl Fischer. Thiết bị này rất mạnh mẽ và linh hoạt, giúp phân tích chính xác và nhanh chóng nhiều mẫu khác nhau.

Các chức năng chính của **HI933** là:

- Kích thước nhỏ, chiếm ít diện tích
- Vỏ được làm từ vật liệu chống chịu hóa chất tốt
- Thuật toán mạnh mẽ giúp xác định chính xác điểm kết thúc của phản ứng
- Có tính năng tính giá trị trung bình của mẫu và thuốc thử
- Cốc chuẩn độ được thiết kế khép kín, hạn chế không khí khuếch tán vào bên trong
- Có thể kết nối cân phân tích
- Hỗ trợ tối đa 100 phương pháp
- Người dùng có thể tự thiết lập kết quả đo tùy theo nhu cầu
- Tự động xuất hiện cảnh báo khi có lỗi xuất hiện

Hướng dẫn sử dụng này bao gồm hướng dẫn lắp đặt máy, các chức năng của máy và hướng dẫn vận hành máy. Người dùng vui lòng đọc kỹ hướng dẫn trước khi dùng.

Hướng dẫn này có 4 phần:

PART 1: HƯỚNG DẪN NHANH

Hướng dẫn này sẽ giới thiệu sơ lược về thiết bị này, bao gồm các kết nối cơ bản, giao diện người dùng, cách thực hiện hiệu chuẩn và cách chạy một mẫu chuẩn độ.

PART 2: HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG

Hướng dẫn cung cấp một mô tả toàn diện về giao diện người dùng, các tùy chọn chung, phương pháp, chế độ chuẩn độ/đo trực tiếp, chế độ pH, mV và ISE, bảo trì,...

PART 3: ỨNG DỤNG

Tài liệu này sẽ cung cấp các phân tích thường được sử dụng. Để được hỗ trợ thêm, vui lòng liên hệ với văn phòng Hanna để biết thêm chi tiết.

PART 4: LÝ THUYẾT CHUẨN ĐỘ

Hướng dẫn này mô tả nguyên tắc hoạt động của máy chuẩn độ. Nó bao gồm lý thuyết về các phương pháp chuẩn độ và cách tính toán kết quả của mỗi phương pháp.



MỤC LỤC

PART 1: HƯỚNG DẪN NHANH

1. HƯỚNG DẪN AN TOÀN.....	1-2
2. KẾT NỐI MÁY.....	1-3
2.1. MẶT TRƯỚC.....	1-3
2.2. MẶT SAU.....	1-3
3. GIAO DIỆN NGƯỜI DÙNG.....	1-4
3.1. BÀN PHÍM.....	1-4
3.2. MÀN HÌNH.....	1-4
4. NGÔN NGỮ.....	1-5
5. TRỢ GIÚP.....	1-5
6. PHƯƠNG PHÁP.....	1-5
6.1. PHƯƠNG PHÁP CHUẨN.....	1-5
6.2. PHƯƠNG PHÁP NGƯỜI DÙNG TỰ TẠO.....	1-5
7. CHUẨN BỊ.....	1-6
7.1. LẮP RÁP MÁY.....	1-6
7.2. SỬ DỤNG THUỐC THỬ PHÙ HỢP.....	1-6
7.3. HÚT THUỐC THỬ VÀO BURETTE.....	1-6
8. LẮP CHUẨN ĐỘ ĐẦU TIÊN.....	1-7
8.1. CHỌN PHƯƠNG PHÁP.....	1-7
8.2. THIẾT LẬP THÔNG SỐ CỦA PHƯƠNG PHÁP.....	1-7
8.3. THIẾT LẬP BÁO CÁO CHO CHUẨN ĐỘ.....	1-7
8.4. BƠM DUNG MÔI VÀO BÌNH CHUẨN ĐỘ.....	1-8
8.5. KHỬ ẨM TRONG DUNG MÔI.....	1-8
8.6. CHUẨN BỊ MẪU.....	1-8
8.7. TIẾN HÀNH CHUẨN ĐỘ.....	1-9
8.8. CÁC THÔNG TIN TRÊN MÀN HÌNH CHUẨN ĐỘ.....	1-9
8.9. XEM ĐỒ THỊ.....	1-10
8.10. KẾT THÚC CHUẨN ĐỘ.....	1-10
8.11. KẾT QUẢ ĐO.....	1-11
8.12. XEM KẾT QUẢ MỚI NHẤT.....	1-11
8.13. IN BÁO CÁO.....	1-11
8.14. LƯU DỮ LIỆU VÀO USB.....	1-12
8.15. BẢNG KẾT QUẢ MẪU.....	1-13

PART 2: HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG

1. LẮP ĐẶT MÁY.....	2-2
1.1. MỞ KIẾN ĐÓNG GÓI.....	2-2
1.2. BIỆN PHÁP AN TOÀN.....	2-3
1.3. THÔNG SỐ KỸ THUẬT.....	2-4
1.4. LẮP ĐẶT.....	2-5
2. GIAO DIỆN NGƯỜI DÙNG.....	2-13
2.1. KHỞI ĐỘNG.....	2-13
2.2. BÀN PHÍM.....	2-13
2.3. HIỂN THỊ.....	2-15
2.4. MENU ĐIỀU HƯỚNG.....	2-16
3. TỰY CHỌN CHUNG.....	2-18
3.1. LƯU TẬP TIN VÀO USB.....	2-18
3.2. KHÔI PHỤC TẬP TIN TỪ USB.....	2-19
3.3. CHẾ ĐỘ CHỜ.....	2-20



3.4. THỜI GIAN CHỜ	2-20
3.5. THÔNG TIN THUỐC THỬ	2-21
3.6. THÔNG TIN MẪU CHUẨN.....	2-21
3.7. ƯỚC LƯỢNG THỂ TÍCH BÌNH CHUẨN ĐỘ	2-22
3.8. KẾT NỐI VỚI PC.....	2-22
3.9. CÀI ĐẶT GIAO DIỆN CÂN	2-23
3.10. HỆ THỐNG KHUẤY.....	2-24
3.11. CHẾ ĐỘ IN.....	2-24
3.12. CÀI ĐẶT THỜI GIAN.....	2-25
3.13. CÀI ĐẶT HIỂN THỊ.....	2-25
3.14. ÂM BÁO	2-26
3.15. NGỒN NGŨ.....	2-26
3.16. KIỂM TRA HIỆU CHUẨN.....	2-27
3.17. PHỤC HỒI DỮ LIỆU VỀ BAN ĐẦU.....	2-27
3.18. TỐI ƯU HÓA DUNG LƯỢNG BỘ NHỚ.....	2-28
3.19. CẬP NHẬT PHẦN MỀM.....	2-28
4. PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ	2-29
4.1. LỰA CHỌN PHƯƠNG PHÁP.....	2-29
4.2. PHƯƠNG PHÁP TIÊU CHUẨN.....	2-29
4.3. PHƯƠNG PHÁP NGƯỜI DÙNG.....	2-31
4.4. XEM/ CHỈNH SỬA PHƯƠNG PHÁP	2-32
4.5. TỰY CHỌN PHƯƠNG PHÁP.....	2-33
4.6. MÁY IN.....	2-58
5. CHẾ ĐỘ CHUẨN ĐỘ	2-59
5.1. IDLE.....	2-59
5.2. CHUẨN BỊ CHUẨN ĐỘ	2-60
5.3. DRIFT ANALYSIS (KHI CHỌN AUTOMATIC DETERMINATION ENTRY ONLY)	2-60
5.4. CHẾ ĐỘ CHỜ	2-61
5.5. PHÂN TÍCH MẪU	2-62
5.6. CHUẨN HÓA CHẤT CHUẨN	2-67
6. CHỨC NĂNG PHỤ.....	2-70
6.1. BƠM KHÔNG KHÍ.....	2-70
6.2. BURETTE	2-71
6.3. HỆ THỐNG MÁY KHUẤY	2-73
6.4. KẾT QUẢ	2-73
7. BẢO DƯỠNG VÀ THIẾT BỊ NGOẠI VI.....	2-77
7.1. BẢO DƯỠNG BURETTE.....	2-77
7.2. BẢO DƯỠNG ĐẦU DÒ	2-80
7.3. THIẾT BỊ NGOẠI VI.....	2-80
8. TỐI ƯU HÓA PHƯƠNG PHÁP	2-83
8.1. CÀI ĐẶT CHUẨN ĐỘ	2-83
8.2. KIỂM SOÁT THÔNG SỐ.....	2-83
8.3. MẪU.....	2-87
8.4. HỆ THỐNG THUỐC THỬ KARL FISCHER.....	2-92
9. PHỤ KIỆN.....	2-95
9.1. THUỐC THỬ.....	2-95
9.2. DUNG MỒI.....	2-95
9.3. CHẤT CHUẨN	2-96
9.4. LINH KIỆN MÁY CHUẨN ĐỘ.....	2-97



PART 3: ỨNG DỤNG

HI8001 EN 5.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH WATER STANDARD	3-2
HI8002 EN 2.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH WATER STANDARD	3-4
HI8003 EN 1.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH WATER STANDARD	3-6
HI8011 EN 5.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH DISODIUM TARTRATE	3-8
HI8101 EN MOISTURE DETERMINATION IN DAIRY CREAM	3-10
HI8102 EN MOISTURE DETERMINATION IN MILK	3-12
HI8103 EN MOISTURE DETERMINATION IN HONEY	3-14
HI8104 EN SURFACE MOISTURE DETERMINATION ON WHITE SUGAR	3-16
HI8105 EN MOISTURE DETERMINATION IN COOKING OIL	3-18
HI8106 EN MOISTURE DETERMINATION IN BUTTER	3-20
HI8107 EN MOISTURE DETERMINATION IN MARGARINE	3-22
HI8108 EN MOISTURE DETERMINATION IN MAYONNAISE	3-24
HI8201 EN MOISTURE DETERMINATION IN SHAMPOO	3-26
HI8202 EN MOISTURE DETERMINATION IN HAND CREAM	3-28
HI8301 EN MOISTURE DETERMINATION IN SOLVENT WITH 5 mg/mL TITRANT (ONE-COMP.)	3-30

PART 4: LÝ THUYẾT CHUẨN ĐỘ

1. LÝ THUYẾT CHUẨN ĐỘ	4-2
1.1. GIỚI THIỆU VỀ CHUẨN ĐỘ	4-2
1.2. CÁC ỨNG DỤNG CỦA CHUẨN ĐỘ	4-2
1.3. ƯU VÀ NHƯỢC ĐIỂM CỦA CHUẨN ĐỘ	4-2
2. CÁC LOẠI CHUẨN ĐỘ	4-3
2.1. PHÂN LOẠI THEO PHƯƠNG PHÁP ĐO	4-3
2.2. PHÂN LOẠI THEO KIỂU PHẢN ỨNG	4-4
2.3. CHUẨN ĐỘ THEO YÊU CẦU	4-11
3. QUY TRÌNH CHUẨN ĐỘ	4-12
3.1. CHUẨN ĐỘ THỦ CÔNG	4-12
3.2. CHUẨN ĐỘ TỰ ĐỘNG	4-12
4. KẾT QUẢ CHUẨN ĐỘ	4-14
4.1. ĐỘ CHÍNH XÁC	4-14
4.2. ĐỘ LẶP	4-14
4.3. NGUYÊN NHÂN LỖI	4-14
5. TÍNH TOÁN	4-16
5.1. PHƯƠNG TRÌNH CHUẨN ĐỘ VOLUMETRIC KARL FISCHER	4-16
5.2. CÁC PHƯƠNG TRÌNH THƯỜNG DÙNG	4-18
6. THUẬT NGỮ	4-21

PHẦN 1:

HƯỚNG DẪN NHANH



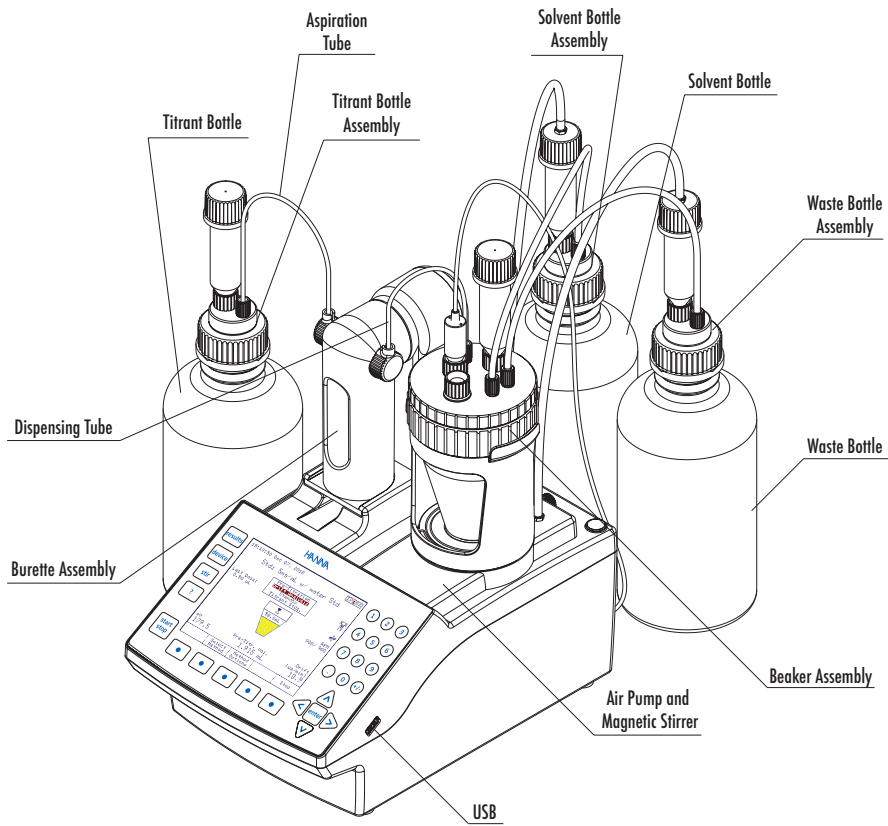
1. HƯỚNG DẪN AN TOÀN

Người dùng cần tuân thủ các biện pháp an toàn dưới đây:

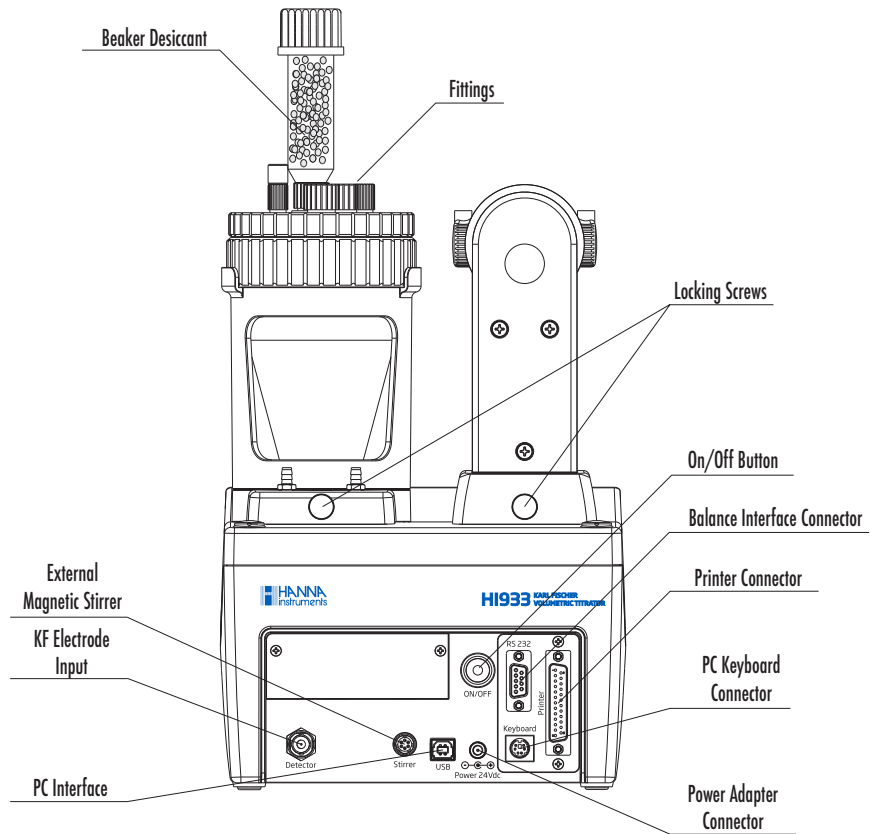
- 1) Không bao giờ kết nối hoặc ngắt kết nối bơm và các thiết bị ngoại vi khi máy đang được bật.
- 2) Lắp ráp burette và dây dẫn cẩn thận, chính xác.
- 3) Thường xuyên kiểm tra để đảm bảo bình thuốc thử, bình chứa chất thải và hệ thống chuẩn độ luôn ở đúng vị trí.
- 4) Vệ sinh hóa chất tràn ra ngoài ngay lập tức.
- 5) Tránh sử dụng máy trong các môi trường sau:
 - Rung động mạnh
 - Bị chiếu ánh sáng mặt trời trực tiếp
 - Độ ẩm tương đối của không khí lớn hơn 80% non-condensing
 - Nhiệt độ môi trường dưới 10°C hoặc trên 40°C
 - Có nguy cơ nổ
 - Gần nguồn nhiệt (nóng hoặc lạnh)
- 6) Định kỳ bảo trì máy bởi công ty uy tín.
- 7) Tránh hít lượng hóa chất bốc hơi hoặc tiếp xúc với hóa chất.

2. KẾT NỐI MÁY

2.1. MẶT TRƯỚC



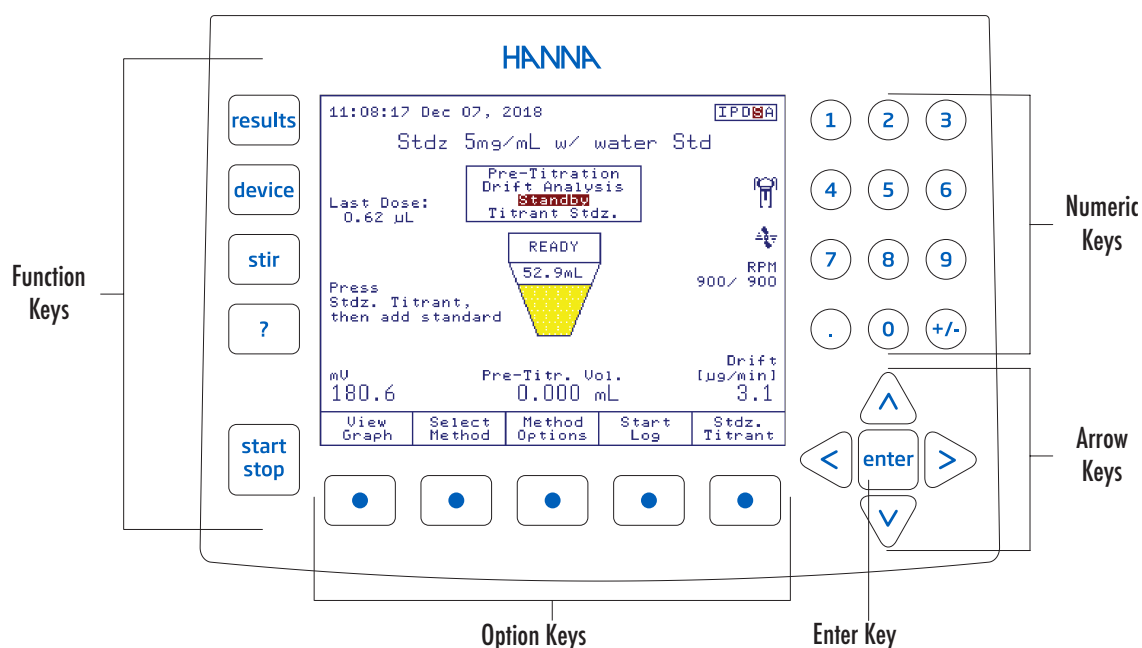
2.2. MẶT SAU



3. GIAO DIỆN NGƯỜI DÙNG

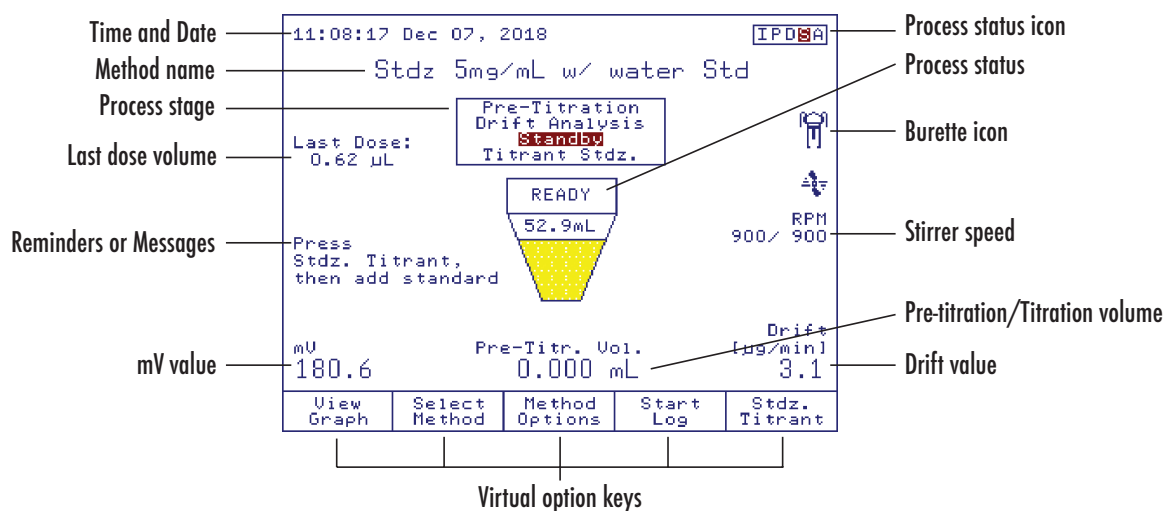
3.1. BÀN PHÍM

Máy có 27 phím, được chia thành 5 nhóm như bên dưới:



3.2. MÀN HÌNH

Máy chuẩn độ có màn hình màu 5.7". Màn hình ở chế độ **Standby Mode** sẽ được hiển thị bên dưới kèm theo các giải thích ký hiệu trên màn hình.

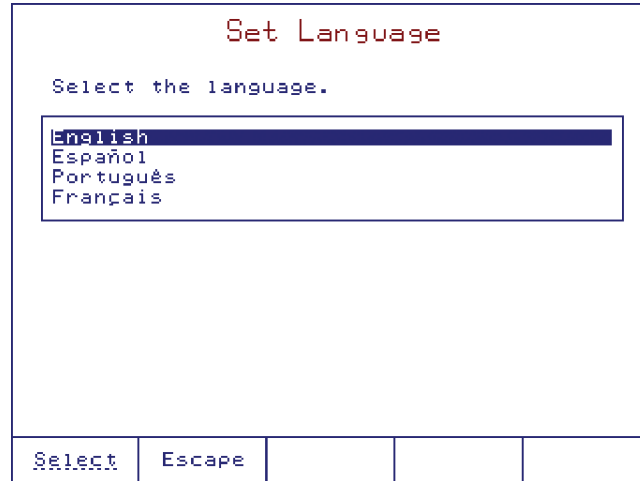


Giao diện người dùng sẽ gồm nhiều màn hình, mỗi màn hình sẽ hiển thị mọi thông tin cần thiết và được sắp xếp ở vị trí thuận tiện nhất cho người dùng.

Các phím chức năng trên bàn phím sẽ tương ứng với các phím tùy chọn ảo (virtual option key) trên màn hình.

4. NGÔN NGỮ

Để thay đổi ngôn ngữ, nhấn **General Options**. Chọn phần *Language*. Dùng phím **▲** và **▼**, chọn ngôn ngữ bạn muốn sử dụng trên màn hình **Set Language** và nhấn **Select**. Khởi động lại máy để áp dụng cài đặt ngôn ngữ mới.



5. TRỢ GIÚP

Người dùng có thể truy cập mọi thông tin về máy chuẩn độ bằng cách nhấn **?**. Màn hình sẽ hiển thị mọi thông tin về máy tùy thuộc theo ngữ cảnh và màn hình hiện tại.

6. PHƯƠNG PHÁP

Máy chuẩn độ Karl Fischer **HI933** có thể lưu trữ tối đa 100 phương pháp.

6.1. PHƯƠNG PHÁP CHUẨN

Máy sẽ được cung cấp kèm một số phương pháp đã được Hanna Instruments nghiên cứu và phát triển thành công (v.d.: độ ẩm trong thực phẩm, mỹ phẩm...).

6.2. PHƯƠNG PHÁP NGƯỜI DÙNG TỰ TẠO

Là các phương pháp do người dùng tự phát triển dựa trên các phương pháp sẵn có nhằm đáp ứng yêu cầu riêng biệt của người dùng.

7. CHUẨN BỊ

7.1. LẮP RÁP MÁY

- Đảm bảo máy đã được lắp ráp chính xác, hợp lý (xem phần **Thiết lập**).
- Đảm bảo bình chuẩn độ đã được lắp ráp chính xác (các mối nối và đường ống được gắn đúng vị trí).
- Hạt hút ẩm đã được sấy khô đúng cách.

7.2. SỬ DỤNG THUỐC THỬ PHÙ HỢP

- Đảm bảo thuốc thử (dung môi và chất phản ứng) phù hợp với mẫu cần đo (vào phần **Phụ kiện** để xem danh sách các thuốc thử thường được sử dụng).

7.3. HÚT THUỐC THỬ VÀO BURETTE

- Tháo ống bơm hóa chất khỏi bình chuẩn độ (tháo khớp nối và rút ống ra) và cắm vào bình chứa chất thải.
- Từ màn hình Idle nhấn **Burette**.
- Chọn Prime Burette và nhấn **Select**.
- Nhập số lần bơm, xả burette, tối thiểu 3 lần (để loại bỏ bọt khí trong burette).
- Nhấn **Accept** để bắt đầu.
- Màn hình sẽ hiển thị "Executing...".

Lưu ý: Cần chắc chắn trong có dung dịch chảy trong burette. Không sử dụng **Stop Burette** để bơm thuốc thử vào burette nếu còn bọt khí. Để có kết quả chính xác, ống hút, ống xả và burette phải không còn bọt khí.

- Cẩn thận lau lượng thuốc thử còn dư ở cuối ống xả.
- Gắn ống xả vào bình chuẩn độ lại như ban đầu.

8. LẦN CHUẨN ĐỘ ĐẦU TIÊN

8.1. CHỌN PHƯƠNG PHÁP

Trong phân tích này, chúng ta sẽ sử dụng phương pháp **HI8301EN Solvent w/ 5mg/ml 1-comp.**

Để chọn phương pháp:

- Nhấn từ màn hình Idle. Dùng phím và để chọn *HI8301EN Solvent w/ 5mg/ml 1-comp.*
- Nhấn .

Tên của phương pháp sẽ hiển thị ở phía trên màn hình.

8.2. THIẾT LẬP THÔNG SỐ CỦA PHƯƠNG PHÁP

Để xem các thông số của phương pháp, nhấn . Màn hình **View/Modify Method** sẽ được hiển thị.

Người dùng chỉ có thể thay đổi 1 vài thông số trong phương pháp chuẩn.

Đối với phân tích này, người dùng chỉ có thể thay đổi nồng độ thuốc thử và thể tích mẫu.

Theo các bước sau:

- Chọn *Titrant* trên màn hình **View/Modify Method** và nhấn .
- Màn hình **Titrant Database** sẽ được hiển thị.
- Chọn *KF Titrant* và nhấn .
- Chọn *Standardized Titrant Concentration* và nhấn .
- Nhập giá trị của chất chuẩn và nhấn .
- Nhấn 3 lần để trở lại màn hình Idle.

Accept	Escape	Delete Digit		
--------	--------	--------------	--	--






8.3. THIẾT LẬP BÁO CÁO CHO CHUẨN ĐỘ

Người dùng có thể chọn các thông tin được hiển thị trong bản báo cáo chuẩn độ theo quy trình sau:




- Từ màn hình chính, nhấn . Màn hình **Data Parameters** sẽ được hiển thị.
- Chọn *Setup Titration Report* và nhấn .
- Chọn các thông số cần hiển thị bằng phím và , và nhấn . Các thông số được chọn sẽ có dấu * phía trước.
- Nhấn và nhấn để trở về màn hình chính.

8.4. BƠM DUNG MÔI VÀO BÌNH CHUẨN ĐỘ

Bình chuẩn độ cần phải được bơm dung môi ít nhất đến vạch MIN (khoảng 50 mL):



- Từ màn hình Idle, nhấn .
- Nhấn .
- Đợi đến khi dung môi đến vạch MIN.
- Nhấn  để dừng bơm.
- Nhấn  và nhập thể tích dung môi đã bơm. Nhấn  để xác nhận.

8.5. KHỬ ẨM TRONG DUNG MÔI

- Trước khi tiến hành chuẩn độ, cần phải khử ẩm ở trong bình chuẩn độ và dung môi.
- Từ màn hình Idle, nhấn . Máy sẽ bắt đầu chế độ Pre-Titration mode để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ. Nếu không thấy thuốc thử đi ra sau vài lần bơm, nhấn  hoặc  và kiểm tra lại xem có bị rò rỉ đường ống hay không.
- Khi đã loại bỏ hoàn toàn ẩm, máy sẽ vào chế độ Drift Analysis mode (khi đã kích hoạt Automatic Drift Entry). Máy chuẩn độ sẽ tiến hành đo lượng không khí ẩm đi vào bình chuẩn độ trong một vài phút và hiển thị giá trị ở góc phải bên dưới màn hình.
- Nếu giá trị Drift Rate ổn định, máy sẽ vào chế độ Standby mode. Máy sẽ tiếp tục khử ẩm và đo Drift Rate.

8.6. CHUẨN BỊ MẪU

Cân mẫu bằng cân phân tích sẽ cho kết quả chính xác nhất.

- Chuẩn bị 50 mL hỗn hợp dry chloroform và dry methanol tỉ lệ 1:1.
- Dùng xy lanh có đầu tiêm để hút mẫu.
- Cân xy lanh.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để nhập khối lượng mẫu.
- Cho khoảng 0.750 g đến 1.000 g mẫu vào bình chuẩn độ.
- Cân lại xy lanh 1 lần nữa để xác định lượng mẫu đã cho vào bình chuẩn độ (hiệu của 2 lần cân).
- Dùng bàn phím số để nhập khối lượng mẫu và nhấn  để tiến hành chuẩn độ.

8.7. TIẾN HÀNH CHUẨN ĐỘ

- Cho lượng mẫu đã chuẩn bị vào bình chuẩn độ theo hướng dẫn trên. Nhập khối lượng mẫu và nhấn **Sample Analysis**. Máy chuẩn độ sẽ tiến hành phân tích mẫu theo phương pháp đã chọn.
- Sau khi phân tích xong, màn hình sẽ hiển thị "Titration Completed" và hàm lượng ẩm của mẫu, thể tích thuốc thử đã tiêu tốn và các thông tin khác. Máy sẽ trở về chế độ Standby mode.

Sample Analysis Result IPD			
2059.4 ppm			
Titration Completed			
Analysis Duration:	05:54 [mm:ss]		
Drift Value:	1.2 µg/min		
Sample Size:	0.2145 g		
Standardized Titrant Conc.:	1.0002 mg/mL		
Volume Delivered:	0.443 mL		
Report ID:	KF_00047		
Escape	View Report	Average Results	

8.8. CÁC THÔNG TIN TRÊN MÀN HÌNH CHUẨN ĐỘ

Khi chuẩn độ, máy sẽ hiển thị các thông tin sau:

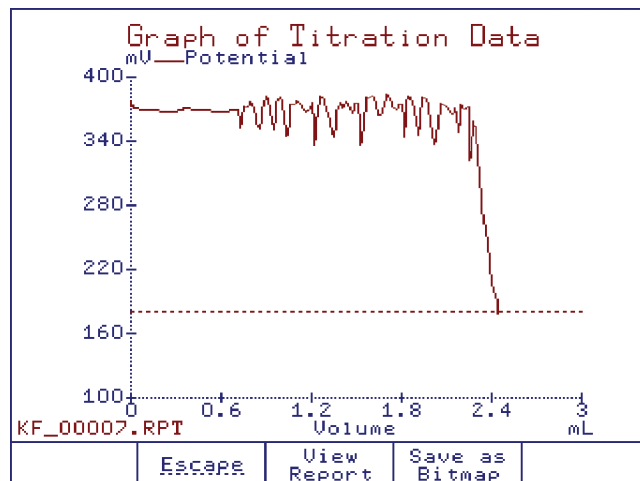
11:47:59 Jan 07, 2019 IPD			
Moisture in Cooking Oil			
Last Dose: 0.00 µL		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;"> Pre-Titration Drift Analysis Standby Sample Analysis </div>	
Press Sample Analysis, then add sample		<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;"> READY 51.5mL </div>	
		RPM 900/ 900	
mU 179.5	Pre-Titr. Vol. 0.002 mL	Drift [µg/min] 0.0	
View Graph	Select Method	Method Options	Start Log
Sample Analysis			

8.9. XEM ĐỒ THỊ

Nhấn **View Graph** để xem đồ thị chuẩn độ theo thời gian thực.

Đồ thị sẽ thể hiện sự thay đổi Điện thế của điện cực theo Thể tích thuốc thử được bơm vào.

Đường sọc ngang thể hiện giá trị của điểm kết thúc mà người dùng đã thiết lập.



Lưu ý: Với dung môi mới, đặc biệt là dung môi 1 cấu tử, đồ thị những lần đầu tiên sẽ có rất nhiều nhiễu. Bởi vì lượng thuốc thử Karl Fischer ban đầu còn dư ít (sulfur dioxide và base), làm cho tốc độ phản ứng chậm. Sau một vài lần, tốc độ phản ứng và đồ thị sẽ trở lại bình thường.

8.10. KẾT THÚC CHUẨN ĐỘ

Chuẩn độ sẽ tự kết thúc khi đạt điều kiện đã được thiết lập trong phần Termination Criteria. Giá trị mặc định của Termination Criterion là một giá trị mV, chuẩn độ sẽ tự động kết thúc nếu mV trong mẫu thấp hơn mV đã được cài đặt sau 1 vài phút.

Sau khi chuẩn độ kết thúc, màn hình sẽ hiển thị hàm lượng ẩm trong mẫu và một vài thông tin cơ bản khác.

Để xem báo cáo hoặc đồ thị, nhấn **View Report**.

Để tính trung bình và sai số giữa nhiều mẫu, nhấn **Average Results**.

Để thay đổi nồng độ chất chuẩn, nhấn **Update Titrant**.

Sau đó, nhấn **Escape** để trở lại chế độ standby mode (nếu đã được kích hoạt).

8.11. KẾT QUẢ ĐO

Tất cả kết quả đo đều được lưu trong phần báo cáo để tiện cho người dùng xem, in ấn hoặc chuyển dữ liệu vào USB, PC.

Review Result			
KF_00011.RPT			
HI933 - Titration Report			
Method Name:	copy of Moisture in Milk		
Time & Date:	15:18 Jan 21, 2019		
Titration ID:	KF_00011		
Nr	Volume[m1]	mV	Time
0	0.0000	391.6	00:00:00
1	0.0000	391.1	00:00:01
2	0.0005	391.0	00:00:03
3	0.0010	391.1	00:00:05
4	0.0015	391.0	00:00:07
5	0.0020	391.0	00:00:09

View Graph **Escape** Print Report Page Up Page Down

8.12. XEM KẾT QUẢ MỚI NHẤT

- Từ màn hình chính, nhấn **results**. Màn hình **Data Parameters** sẽ được hiển thị.
- Chọn **Review Last Report** và nhấn **Select**. Màn hình **Review Result** sẽ hiển thị.
- Dùng phím **Page Up** hoặc **Page Down** để xem mọi thông tin trong bảng kết quả.

Xem Bảng Kết Quả Mẫu ở trang sau.

8.13. IN BẢN BÁO CÁO

Kết nối máy in tương thích với DOS / Windows qua cổng DB 25 pin ở mặt sau máy.

Lưu ý: Tắt máy và máy in trước khi kết nối.

Để in bản báo cáo, ta làm theo các bước sau

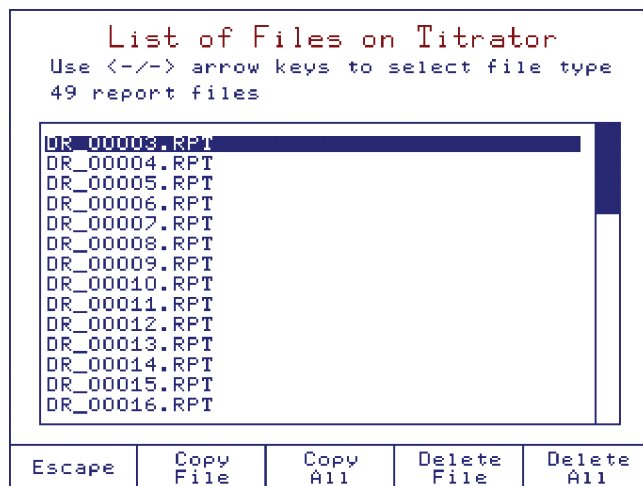
- Từ màn hình **Review Report**, nhấn **Print Report**.
- Trong suốt quá trình in, màn hình sẽ hiển thị thông báo "Printing".
- Nhấn **Escape** để trở lại màn hình **Data Parameters**.
- Nhấn **Escape** để trở lại màn hình chính.

8.14. LƯU DỮ LIỆU VÀO USB

Lưu ý: USB phải được format trước ở định dạng FAT hoặc FAT32.

Tính năng này cho phép người dùng lưu kết quả chuẩn độ và giá trị Drift rate vào USB.

- Từ màn hình chính, nhấn **General Options**, màn hình **General Options** sẽ được hiển thị.
- Chọn *Save Files to USB Storage Device* bằng phím **▲** hoặc **▼**.
- Cắm USB vào máy.
- Nhấn **Select**, màn hình **List of Files on Titrator** sẽ được hiển thị.
- Dùng phím **<** và **>** để chọn kết quả cần lưu.



- Nhấn **Copy All** để chuyển toàn bộ dữ liệu vào USB hoặc chọn dữ liệu cần lưu rồi nhấn **Copy File**.
- Máy sẽ tự động chuyển kết quả đo và đồ thị chuẩn độ vào máy (*.BMP nếu có).
- Nhấn **Escape** để trở lại màn hình **General Options**.
- Nhấn **Escape** để trở lại màn hình chính.

8.15. BẢNG KẾT QUẢ MẪU

Đây là một bảng kết quả mẫu (với điều kiện tất cả các trường dữ liệu đều được chọn), người dùng có thể dùng phím  và  để xem toàn bộ thông tin này trong máy.

HI933 - Titration Report

Method Name: Moisture in brake fluid
 Time & Date: 16:59 Dec 19, 2018
 Titration ID: KF_00010

Nr	Volume [ml]	mV	Time
0	0.0000	685.5	00:00:00
1	0.3261	685.0	00:00:02
2	0.3276	684.9	00:00:04
3	0.3306	684.1	00:00:06
4	0.3366	683.7	00:00:08
5	0.3486	682.7	00:00:10
6	0.3726	681.7	00:00:12
7	0.4126	678.0	00:00:15
8	0.4526	675.5	00:00:17
9	0.4926	673.0	00:00:19
10	0.5326	671.6	00:00:21
11	0.5726	669.6	00:00:23
12	0.6126	667.6	00:00:25
13	0.6526	666.7	00:00:27
14	0.6926	665.9	00:00:29
15	0.7326	665.0	00:00:31
16	0.7726	659.2	00:00:33
17	0.8126	654.9	00:00:35
18	0.8526	654.1	00:00:37
19	0.8926	649.6	00:00:39
20	0.9326	646.7	00:00:41
21	0.9726	635.8	00:00:43
22	1.0126	633.9	00:00:45
23	1.0526	622.4	00:00:47
24	1.0926	615.2	00:00:49
25	1.1326	587.8	00:00:51
26	1.1726	584.5	00:00:53
27	1.2126	550.1	00:00:55
28	1.2526	524.0	00:00:57
29	1.2926	452.3	00:00:59
30	1.3300	405.6	00:01:01
31	1.3671	290.6	00:01:03
32	1.3856	227.5	00:01:05
33	1.3949	197.5	00:01:07
34	1.3995	183.4	00:01:09
35	1.4017	187.7	00:01:11
36	1.4062	177.3	00:01:14
37	1.4062	184.0	00:01:16
38	1.4077	178.8	00:01:18



39	1.4077	174.7	00:01:20
40	1.4077	180.2	00:01:22
41	1.4077	174.7	00:01:24
42	1.4077	175.8	00:01:26
43	1.4077	179.3	00:01:28
44	1.4077	186.2	00:01:30
45	1.4092	182.1	00:01:32
46	1.4107	177.5	00:01:34
47	1.4107	174.2	00:01:36
48	1.4107	177.0	00:01:38
49	1.4107	183.3	00:01:40
50	1.4122	174.0	00:01:42
51	1.4122	175.3	00:01:44
52	1.4122	175.9	00:01:46
53	1.4122	181.6	00:01:48
54	1.4122	181.9	00:01:50
55	1.4137	185.7	00:01:52
56	1.4167	174.6	00:01:54
57	1.4167	170.3	00:01:56
58	1.4167	173.4	00:01:58
59	1.4167	174.6	00:02:00
60	1.4167	174.5	00:02:02
61	1.4167	177.2	00:02:04
62	1.4167	188.1	00:02:06
63	1.4182	179.7	00:02:08
64	1.4182	176.2	00:02:10
65	1.4182	185.7	00:02:12
66	1.4197	179.6	00:02:14
67	1.4197	175.7	00:02:17
68	1.4197	184.0	00:02:19
69	1.4212	169.9	00:02:21
70	1.4212	178.2	00:02:23

Titration Results

Method Name: Moisture in brake fluid
Time & Date 16:59 Dec 19, 2018
Sample Size: 0.6585 g
Std. Titrant Conc.: 1.1608 mg/mL
Drift Value: 15.2 µg/min
End Point Volume: 1.421 mL
Result: 0.2429 %
Titration Duration: 03:18 [mm:ss]
Estimated Cell Volume: 69.9 mL
Titration went to Completion
Operator Name:
Analyst Signature: _____

PHẦN 2:

HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG



1. LẮP ĐẶT MÁY

1.1. MỞ KIỆN ĐÓNG GÓI

Lấy máy và phụ kiện ra khỏi hộp rồi kiểm tra cẩn thận để đảm bảo chắc chắn rằng không có hư hỏng trong quá trình vận chuyển. Nếu có bất kỳ hư hỏng nào, vui lòng mang đến trung tâm chăm sóc khách hàng gần nhất.

Máy **HI933** sẽ được cung cấp kèm:

LINH KIỆN	SỐ LƯỢNG
Máy chuẩn độ.....	1 cái
Bơm.....	1 cái
Bộ burette chuẩn.....	1 cái
<ul style="list-style-type: none"> • Burette (với xy lanh 5 mL) • Ống hút với đầu kết nối và ống bảo vệ • Ống xả với đầu kết nối và ống bảo vệ • Khóa ống • Công cụ tháo lắp burette • Tấm chắn sáng 	
Bơm không khí và khuấy từ.....	1 cái
Bộ bình chuẩn độ.....	1 bộ
<ul style="list-style-type: none"> • Cốc thủy tinh • Đầu tip phân phối hóa chất • Vòng nhựa • Nắp cốc thủy tinh • Cá từ • Hạt hút ẩm • Ống đựng hạt hút ẩm • Khớp nối 	
Giá đỡ cốc thủy tinh.....	1 cái
Vít đầu nhựa để khóa khay bơm.....	2 cái
Bộ bình thuốc thử.....	1 bộ
<ul style="list-style-type: none"> • Nắp bình • Hạt hút ẩm • Ống đựng hạt hút ẩm • Khớp nối • Đai nhựa 	
Bộ bình dung môi.....	1 bộ
<ul style="list-style-type: none"> • Nắp bình • Hạt hút ẩm • Ống đựng hạt hút ẩm • Khớp nối • Đai nhựa • Ống nhựa (Silicone và PTFE) 	

Bình chứa chất thải.....	1 bộ
• Nắp bình	
• Hạt hút ẩm	
• Ống đựng hạt hút ẩm	
• Khớp nối	
• Đai nhựa	
• Ống nhựa (Silicone và PTFE)	

Điện cực Karl Fischer Dual Platinum Pin.....	1 cái
Chìa khóa hiệu chuẩn.....	1 cái
Nguồn điện.....	1 cái
Cáp USB.....	1 cái
Hướng dẫn sử dụng.....	1 cái
Thẻ nhớ USB.....	1 cái
Giấy chứng nhận chất lượng.....	1 cái
Bản kết quả kiểm tra điện cực theo ISO 8655.....	1 cái

Để xem hình ảnh chi tiết, vui lòng vào phần **Phụ kiện**.

Nếu bất kỳ phụ kiện nào bị thiếu hoặc hư hỏng, vui lòng liên hệ với đại diện bán hàng của bạn.

Lưu ý: Giữ lại toàn bộ phụ kiện, thùng đóng gói cho đến khi bạn chắc chắn thiết bị hoạt động bình thường. Nếu có phát sinh hư hỏng, thiết bị cần được chuyển lại theo nguyên trạng ban đầu kèm tất cả phụ kiện.

1.2. BIỆN PHÁP AN TOÀN

Các biện pháp an toàn dưới đây cần được tuân thủ:

- Chỉ kết nối bơm và phụ kiện với máy chuẩn độ khi máy đang tắt.
- Lắp ráp burette và dây dẫn cẩn thận, chính xác (xem chi tiết trong phần **Bảo dưỡng và các thiết bị ngoại vi**).
- Thường xuyên kiểm tra để đảm bảo bình thuốc thử, bình chứa chất thải và hệ thống chuẩn độ luôn ở đúng vị trí.
- Vệ sinh hóa chất tràn ra ngoài ngay lập tức.
- Tránh sử dụng máy trong các môi trường sau:
 - Rung động mạnh
 - Bị chiếu ánh sáng trực tiếp
 - Độ ẩm tương đối của không khí lớn hơn 80% non-condensing
 - Nhiệt độ môi trường dưới 10°C hoặc trên 40°C
 - Có nguy cơ cháy nổ
- Đình kỳ bảo trì máy bởi công ty uy tín.

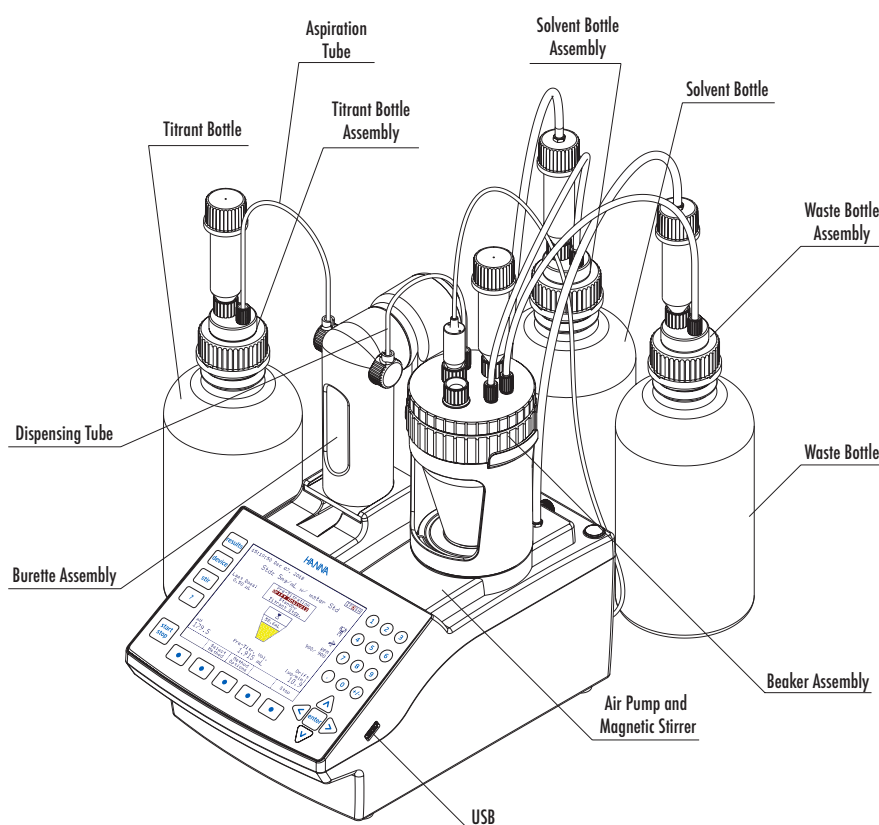
1.3. THÔNG SỐ KỸ THUẬT

Thông số thang đo	Thang đo	100 ppm to 100%
	Độ phân giải	1 ppm to 0.0001%
	Đơn vị	%, ppm, mg/g, µg/g, mg, µg, mg/mL, µg/mL, mg/pc, µg/pc
	Loại mẫu	Liquid or Solid
Thông số xác định độ ẩm	Loại ẩm trước khi chuẩn độ	Tự động
	Xác định dòng Drift	Tự động hoặc người dùng tự thiết lập
	Điều kiện kết thúc	Fixed mV persistence, Relative drift stop hoặc Absolute drift stop
	Chế độ bơm	Dynamic kèm tính năng bơm trước 1 lượng thuốc thử để rút ngắn thời gian chuẩn độ
	Thống kê kết quả	Giá trị trung bình, độ lệch chuẩn
Hệ thống chuẩn độ	Độ phân giải bơm	1/40000 thể tích burette
	Độ chính xác bơm	± 0.1% thể tích burette
	Syringe	5 mL với pittong PTFE
	Van bơm	Động cơ 3 chiều, PTFE
	Ống nhựa	PTFE có khả năng chắn sáng và chịu nhiệt
	Đầu định lượng	Thủy tinh, vị trí cố định, chống khuếch tán
	Bình chuẩn độ	Hình nón, thể tích hoạt động là 50-150 mL
Điện cực	Bơm dung môi	Hệ kín, bơm không khí có tích hợp màng ngăn
	Kiểu	Điện cực phân cực, dual platinum pin
	Kết nối	BNC
	Dòng phân cực	1, 2, 5, 10, 15, 20, 30 hoặc 40 µA
	Thang điện thế	2 mV - 1000 mV
	Độ phân giải	0.1 mV
Khuấy từ	Độ chính xác	± 0.1%
	Kiểu	khuấy từ
	Tốc độ	200 - 2000 RPM
Lưu trữ	Độ phân giải	100 RPM
	Phương pháp	Tối đa 100 phương pháp
Thiết bị ngoại vi	Bảng kết quả	Tối đa 100 bảng kết quả chuẩn độ và drift rate
	Kết nối PC	1 x USB Standard B
	Thẻ nhớ USB	1 x USB Standard A
	Cân phân tích	1 x DB-9 Socket
	Máy in	1 x DB-25 Socket
	Bàn phím	1 x 6-pin Mini DIN

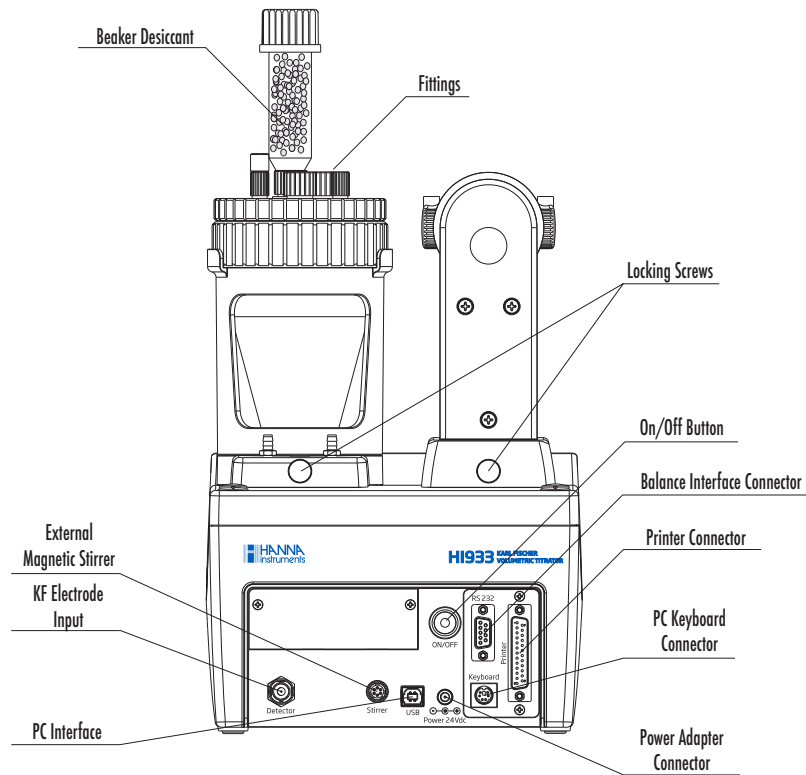
	Màn hình	Màn hình màu 5.7"
	Ngôn ngữ	English, Portuguese, Spanish, French
	Nguồn	100-240 Vac, 50/60 Hz
	Power Draw	0.5 Amps
	Vật liệu máy	ABS, PC và Stainless Steel
Thông tin khác	Bàn phím	Polyester
	Kích thước	315 x 205 x 375 mm (12.4 x 8.1 x 14.8 ")
	Khối lượng	gần. 4.3 kg với 1 bơm, khuấy và đầu dò
	Môi trường hoạt động	10 - 40 °C; tối đa 80 % RH
	Môi trường bảo quản	-20 - 70 °C; tối đa 95 % RH

1.4. LẮP ĐẶT

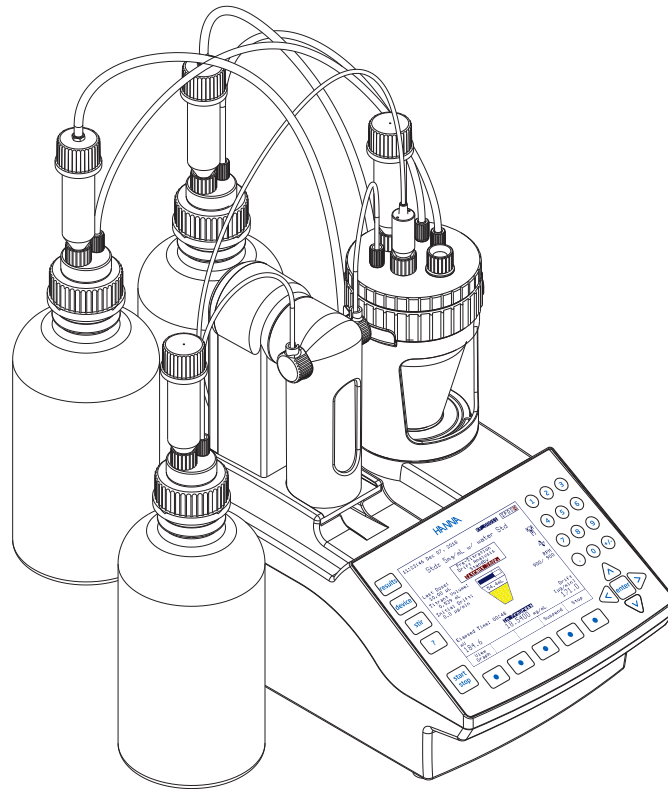
1.4.1. MẶT PHẢI



1.4.2. MẶT SAU



1.4.3. MẶT TRÁI



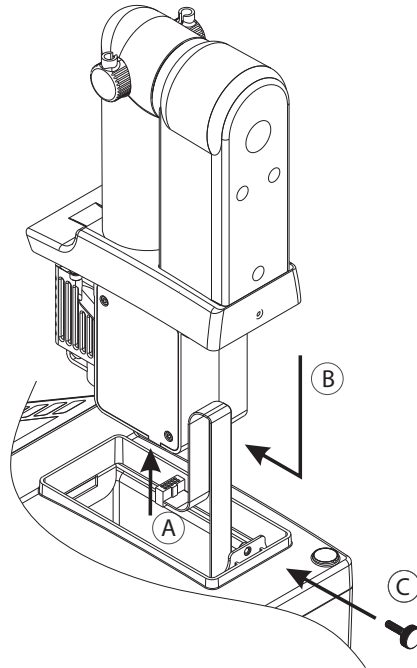
1.4.4. KẾT NỐI LINH KIỆN

Lưu ý: Máy phải được lắp ráp hoàn chỉnh trước khi cắm điện!

1.4.4.1. KẾT NỐI BƠM

Để kết nối bơm, làm theo các bước sau:

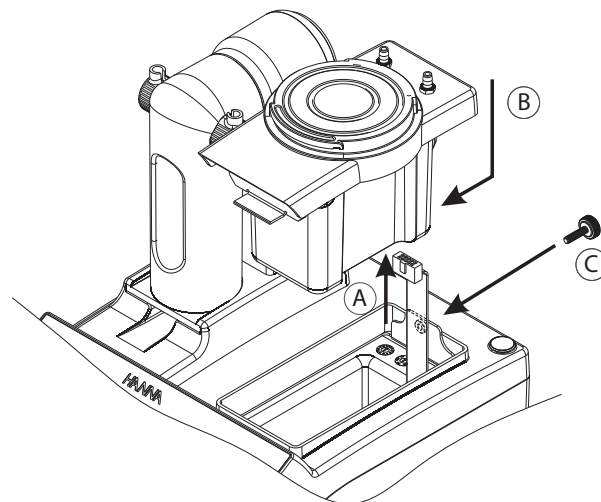
- Tháo sợi cáp ở bên trong hốc máy bên trái.
- Kết nối cáp vào bơm (A).
- Hạ bơm từ từ vào máy chuẩn độ (B), sau đó trượt nó về phía trước đến khi vào khớp.
- Cố định bơm bằng vít vặn (C).



1.4.4.2. KẾT NỐI BƠM KHÔNG KHÍ VÀ KHUẤY TỪ

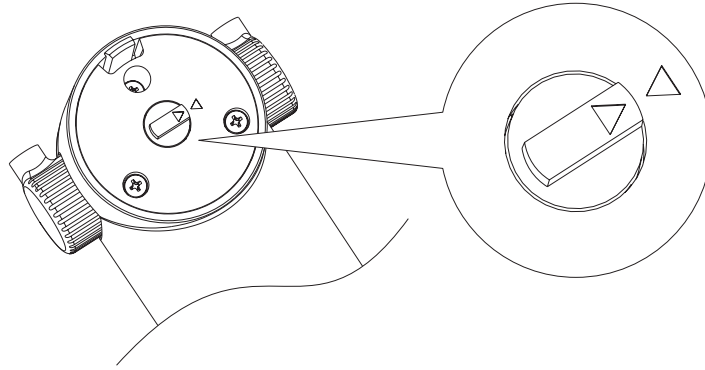
Để kết nối bơm không khí và khuấy từ, làm theo các bước sau:

- Tháo sợi cáp bên trong hốc máy bên phải.
- Kết nối cáp vào bơm (A).
- Hạ bơm từ từ vào máy chuẩn độ (B), sau đó trượt về phía trước đến khi vào khớp.
- Cố định bơm bằng vít vặn (C).

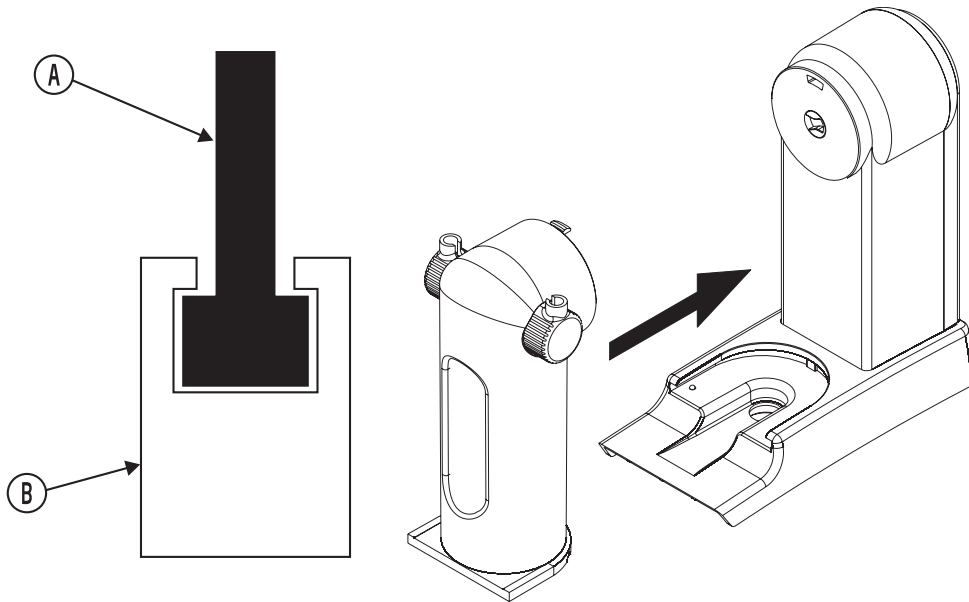


1.4.4.3. KẾT NỐI BURETTE

Cần đảm bảo đánh dấu trên nắp và van thẳng hàng với nhau.



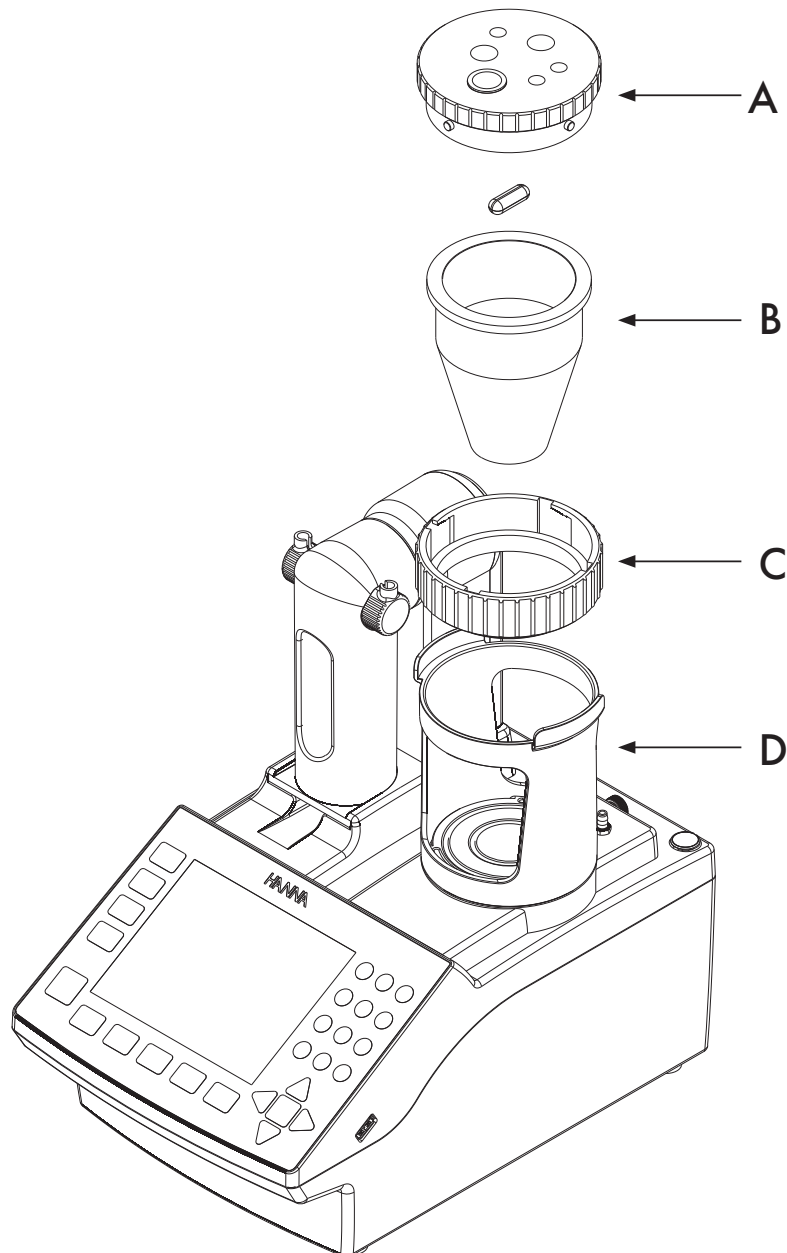
Cần đảm bảo khớp nối trên xy lanh (A) và bơm (B) khớp với nhau trước khi trượt burette vào giá đỡ trên bơm.



1.4.4.4. LẮP RÁP BÌNH CHUẨN ĐỘ

Để lắp ráp bình chuẩn độ, thực hiện theo các bước sau:

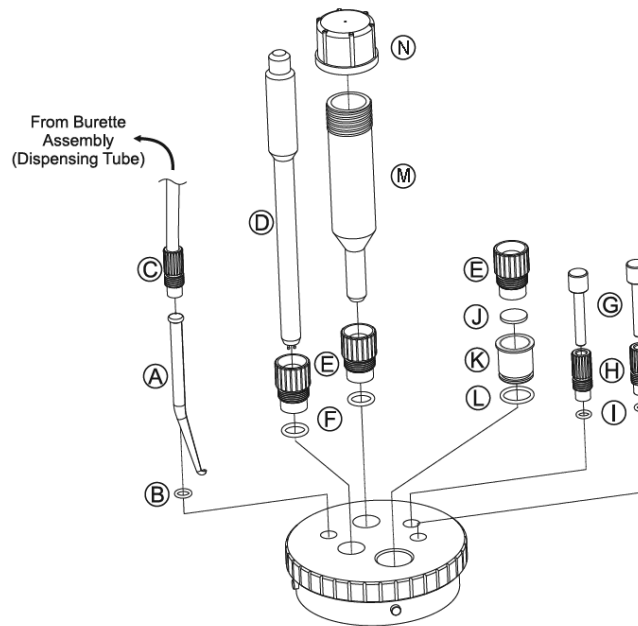
- Đặt giá đỡ bình thủy tinh (D) lên trên khuấy từ và xoay theo chiều kim đồng hồ để cố định vị trí.
- Đặt đai đỡ bình thủy tinh (C) lên trên (D), mặt có ke rãnh ở phía trên.
- Đặt bình thủy tinh (B) vào bên trong đai nhựa (C). Cho cá từ vào bên trong bình.
- Đặt cẩn thận nắp bình (A) vào phía trên bình (B). Ấn nhẹ nắp bình vào đai nhựa đến khi 4 ghim thép trên nắp vừa khít với 4 rãnh trên đai nhựa.
- Xoay đai nhựa (C) ngược chiều kim đồng hồ để cố định vị trí.



1.4.4.5. PHÍA TRÊN BÌNH CHUẨN ĐỘ

Cảnh báo! Không nên siết quá mạnh, có thể làm hỏng đai nhựa và khớp nối!

Để gắn các phụ kiện phía trên nắp, làm theo các bước sau:



1.4.4.5.1. ỐNG XẢ VÀ ĐẦU PHÂN PHỐI THUỐC THỬ

Để gắn ống xả và đầu phân phối thuốc thử, làm theo các bước sau:

- Gắn vòng đệm (B) vào ống phân phối thuốc thử (A) đến khi vòng đệm ở vị trí sát vành của ống phân phối. Cắm ống phân phối vào đúng vị trí trên nắp (trong HI933, đai nhựa được gắn sẵn vào ống phân phối).
- Xoay đầu ống phân phối hướng vào trung tâm của bình.
- Gắn ống xả (C) vào ống phân phối bằng khớp nối. Lưu ý, giữ đầu ống phân phối hướng vào trung tâm bình.

1.4.4.5.2. ĐIỆN CỰC KARL FISCHER

Để gắn điện cực, làm theo các bước sau:

- Gắn cẩn thận điện cực (D) vào khớp nối 10-mm (E) và vòng đệm 10-mm (F).
- Cắm điện cực vào đúng vị trí trên nắp.
- Chỉnh hướng 2 đầu kim loại của điện cực hướng về trung tâm bình chuẩn độ, từ từ vặn khớp nối 10-mm (E) để cố định vị trí. Điện cực nên được cắm sâu nhất có thể.

1.4.4.5.3. HỆ THỐNG DUNG MÔI

Để kết nối hệ thống dung môi, làm theo các bước sau:

- Nới lỏng khớp nối 5-mm (H).
- Tháo nắp chặn (G).
- Cắm ống nhựa màu xanh PTFE từ bình dung môi hoặc chất thải vào khớp nối 5-mm (H) và vòng đệm (I) khoảng 2 cm.
- Gắn khớp nối 5-mm (H) lại vị trí cũ, chú ý vặn vừa phải để tránh làm hư vòng đệm (I).

1.4.4.5.4. CỔNG CHUYỂN MẪU

HI933 đã được gắn sẵn cổng chuyển mẫu, để thay màng cao su mới, làm theo các bước sau:

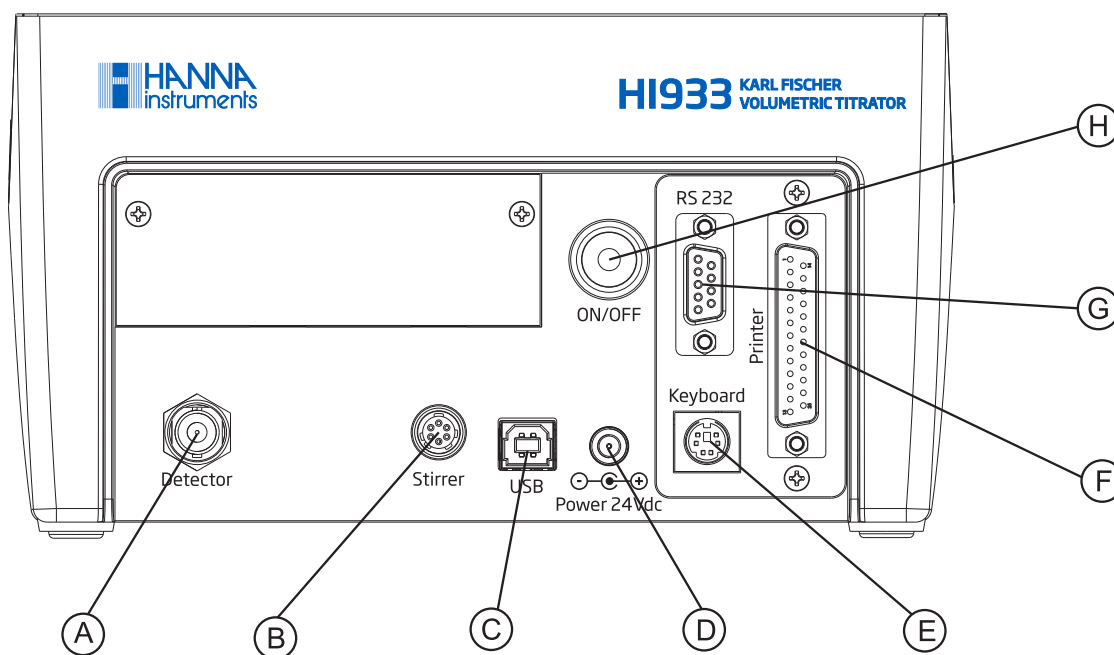
- Gắn màng cao su (J) vào bên trong cổng (K).
- Gắn khớp nối 10-mm (E) vào cổng (K).
- Đặt vòng đệm (L) vào dưới cổng (K).
- Gắn cổng chuyển mẫu lại vào bên trong nắp bình.

1.4.4.5.5. ỐNG HÚT ẨM

- Gắn ống hút ẩm (M) vào khớp nối 10-mm (E) và vòng đệm 10-mm (F).
- Cắm ống hút ẩm vào nắp bình.
- Vặn khớp nối 10-mm để cố định vị trí.

1.4.4.5.6. KẾT NỐI DÂY CÁP

- Kết nối điện cực KF vào cổng BNC (A).
- Kết nối dây nguồn vào cổng nguồn (D).



	Chức năng	Kiểu kết nối
A	Điện cực	BNC
B	Khuấy từ	6-pin
C	Cổng USB	USB Standard B
D	Nguồn điện (24VDC)	DC Power Jack
E	Bàn phím	6-pin Mini Din (Standard PS2)
F	Máy in	DB-25 Socket
G	Giao tiếp RS232	DB-9 Socket
H	Phím nguồn	

1.4.4.6. LẮP RÁP BÌNH THUỐC THỬ, DUNG MÔI, CHẤT THẢI

Các nắp bình đều được cung cấp kèm ống hút ẩm để khử ẩm dòng không khí đi vô bình. Khả năng hút ẩm của các chất hút ẩm thường trong khoảng 2 đến 4 tuần. Silica gel và các hạt hút ẩm thông thường có thể tái sinh lại ở nhiệt độ 150 °C.

Nắp bình được làm bằng nhựa PTFE và được thiết kế để gắn vừa với bình thủy tinh chuẩn GL-45.

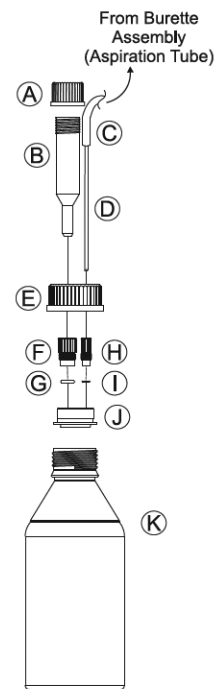
Bình dung môi và chất thải sẽ có 1 ống nhựa PTFE màu xanh để bơm hoặc hút hóa chất trong bình chuẩn độ và 1 ống nhựa silicone để kết nối với bơm không khí

1.4.4.6.1. BÌNH THUỐC THỬ (HI900530)

Cẩn thận: Hầu hết các thuốc thử Karl Fischer đều tạo ra khí độc, người dùng nên đọc trước MSDS để biết thông tin an toàn trước khi dùng.

Để gắn bình thuốc thử, làm theo các bước sau:

- Gắn đầu nhựa PTFE (J) vào nắp GL45 (E).
- Gắn ống hút ẩm (B) vào khớp nối 10-mm (F) và vòng đệm 10-mm (G).
- Gắn ống hút thuốc thử vào (J). Siết vừa phải khớp nối 10-mm (F).
- Gắn ống bảo vệ (C) vào ống hút thuốc thử (D).
- Gắn ống hút thuốc thử (D) vào khớp nối 3-mm (H) và vòng đệm 3-mm (I).
- Gắn ống hút thuốc thử vào nắp nhựa.
- Cắm sâu ống hút thuốc thử vào bình đến khi chỉ còn thấy phần ống bảo vệ (C).
- Siết nắp GL45 (E) vào chai thuốc thử (K).

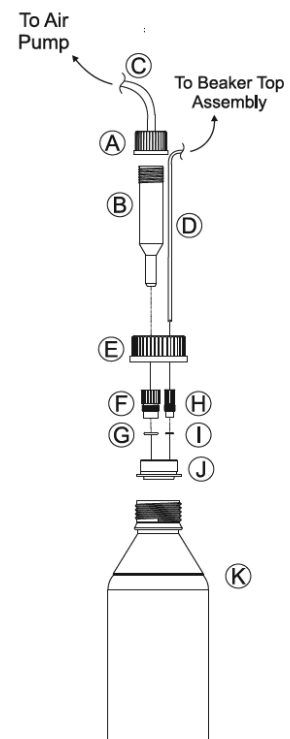


1.4.4.6.2. BÌNH DUNG MÔI VÀ CHẤT THẢI (HI900531)

Cẩn thận: Hầu hết các thuốc thử Karl Fischer đều tạo ra khí độc, người dùng nên đọc trước MSDS để biết thông tin an toàn trước khi dùng.

Để gắn bình dung môi và chất thải, làm theo các bước sau:


- Gắn đầu nhựa PTFE (J) vào nắp GL45 (E).
- Gắn nắp ống hút ẩm (A) vào đúng vị trí.
- Gắn ống hút ẩm (B) vào khớp nối 10-mm (F) và vòng đệm 10-mm (G).
- Gắn ống hút ẩm vào (J), siết vừa phải khớp nối 10-mm (F).
- Gắn ống dung môi/ chất thải (D) vào khớp nối 5-mm (H) và vòng đệm (I).
- Gắn ống dung môi/ chất thải vào nắp và siết vừa lục.
- Gắn nắp GL45 (E) vào chai (K).
- Gắn ống bơm không khí (C) vào nắp ống hút ẩm (A) và bơm không khí. Vị trí "Fill" sẽ kết nối với bình dung môi. Vị trí "Empty" sẽ kết nối với bình chất thải.

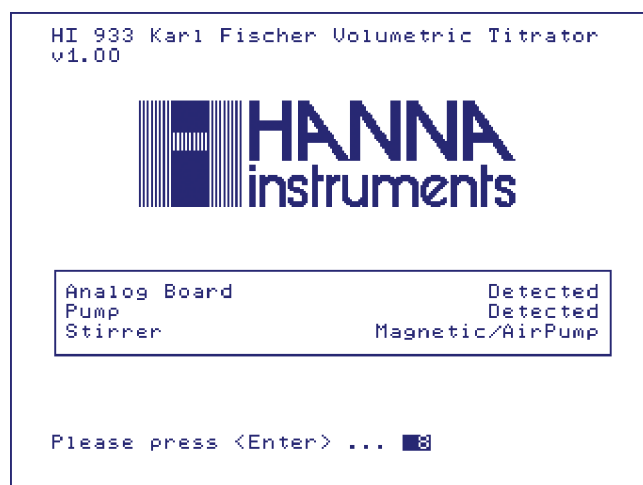


2. GIAO DIỆN NGƯỜI DÙNG

2.1. KHỞI ĐỘNG

Sau khi thiết bị được lắp ráp và cài đặt xong, làm theo các bước sau đây:

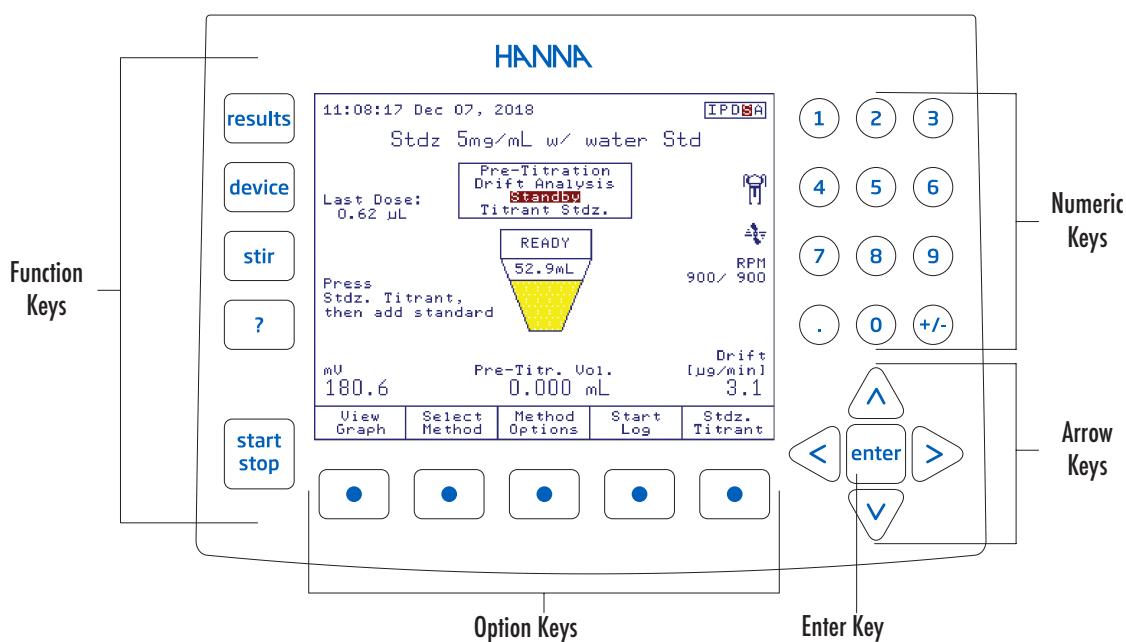
- Kết nối máy với nguồn điện thông qua adapter được cung cấp kèm.
- Nhấn công tắc ở mặt sau máy để khởi động.
- Đợi đến khi máy khởi động xong.
- Nhấn  khi xuất hiện màn hình này hoặc đợi vài giây để máy tự chạy.



Lưu ý: Nếu máy xuất hiện lỗi, kiểm tra kết nối và khởi động lại máy. Nếu lỗi vẫn xuất hiện, liên hệ với Hanna Instruments Việt Nam.






2.2. BÀN PHÍM

Bàn phím được chia thành 5 nhóm, như sau:



2.2.1. PHÍM CHỨC NĂNG (FUNCTION KEYS)

Khi nhấn phím này, chức năng tương ứng sẽ được thực hiện. Một vài phím chỉ khả dụng trong vài trường hợp nhất định:

-  Bắt đầu hoặc dừng chuẩn độ
-  Bật và tắt khuấy từ
-  Kết nối thiết bị ngoại vi (Nếu có)
-  Truy cập dữ liệu (bản kết quả, GLP, thông tin máy, thiết lập bản kết quả)
-  Hiển thị trợ giúp

2.2.2. PHÍM TỰ CHỌN (OPTION KEYS)

Các phím này sẽ tương ứng với chức năng hiển thị phía trên màn hình.

Các chức năng đang được chọn có thể được kích hoạt bằng cách nhấn .

2.2.3. PHÍM MŨI TÊN (ARROW KEYS)

Các phím này có chức năng:

- Di chuyển con trỏ trên màn hình.
- Thay đổi tốc độ máy khuấy từ.
- Chọn ký tự (trong màn hình chữ và số).
- Điều hướng.

2.2.4. PHÍM SỐ (NUMERIC KEYS)

Phím  đến  Sử dụng để chọn số.

 Chuyển đổi giá trị âm và dương.

 Dấu thập phân.

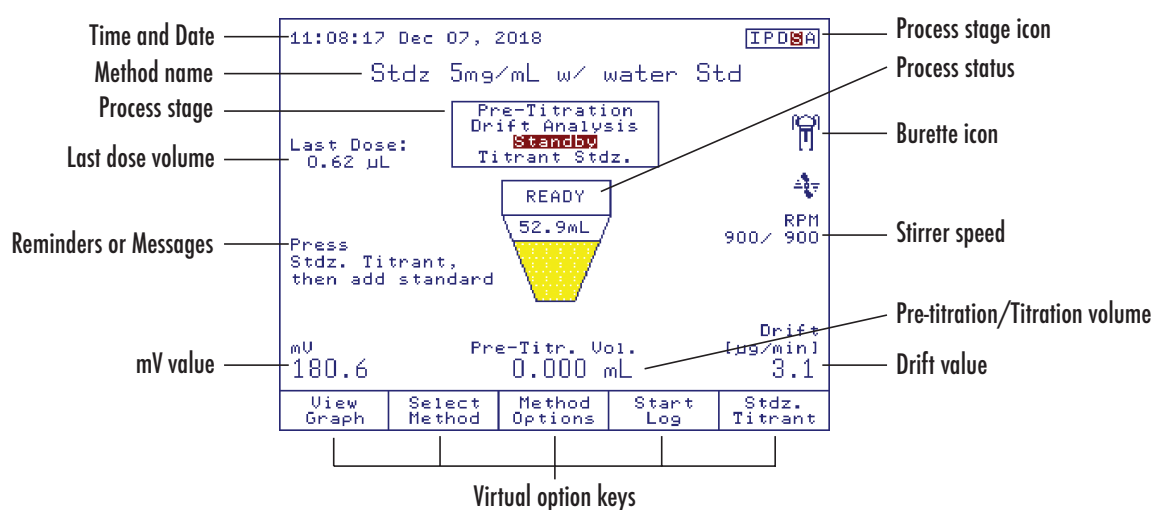
2.2.5. PHÍM ENTER

Phím này có chức năng

- Xác nhận dữ liệu được nhập.
- Thực hiện chức năng đang được chọn.

2.3. HIỂN THỊ

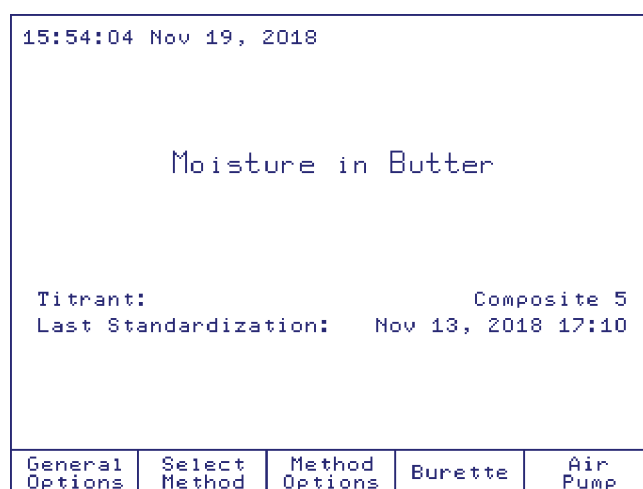
Máy chuẩn độ có màn hình màu lớn. Màn hình chính bên dưới sẽ giải thích ngắn gọn các thông số trên màn hình.



Giao diện người dùng có rất nhiều màn hình. Tùy theo chức năng được chọn, máy sẽ hiển thị màn hình tương ứng.

2.3.1. MÀN HÌNH CHỜ

Sau khi khởi động, máy sẽ hiển thị màn hình chờ.

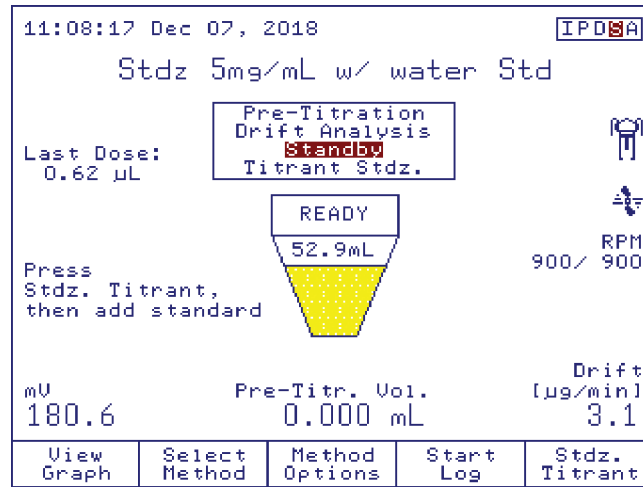


Các thông tin trên màn hình chờ:

- Method name:** Tên phương pháp.
- Time and date:** Thời gian hiện tại.
- Stirrer information:** Hiển thị tốc độ khuấy. Khi máy khuấy off, thông tin máy khuấy không được hiển thị.
- Titration:** Tên thuốc thử.
- Last Standardization:** Thời gian hiệu chuẩn gần nhất
- Reminders:** Hiển thị công việc cần thực hiện hoặc thông báo lỗi.

2.3.2. MÀN HÌNH CHUẨN ĐỘ

Trên màn hình chờ, nếu nhấn **start stop** máy sẽ đi vào **Màn hình chuẩn độ**.

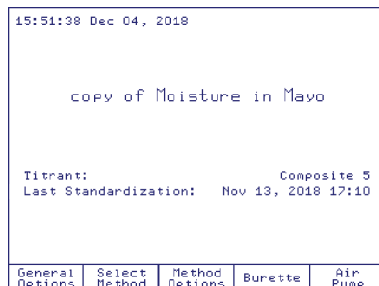


Các thông tin trên màn hình chuẩn độ:

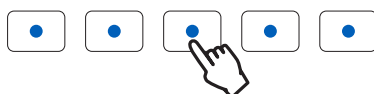
- Method name:** Tên phương pháp.
- Time and date:** Thời gian hiện tại.
- Process stage field:** Hiển thị thông tin màn hình (Pre-titration, Drift Analysis, Standby, Sample Analysis / Titrant Standardization).
- Process status:** Hiển thị tình trạng của tiến trình chuẩn độ.
- mV reading:** Hiển thị giá trị mV của điện cực KF
- Dispensed titrant:** Hiển thị thể tích thuốc thử đã sử dụng.
- Last dose:** Hiển thị thể tích lần bơm gần nhất
- Drift value:** Hiển thị giá trị drift (nếu có).
- Stirrer information:** Hiển thị tốc độ khuấy theo RPM.
- Burette status:** Ký hiệu cho thấy burette đang hoạt động và không thể tháo.
- Reminders:** Hiển thị công việc cần thực hiện hoặc thông báo lỗi.

2.4. MENU ĐIỀU HƯỚNG

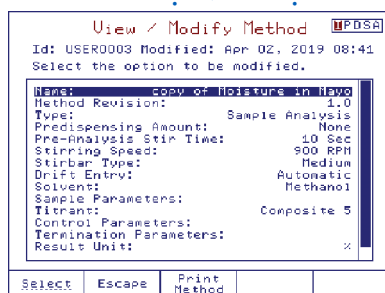
2.4.1. CHỌN CÁC TÙY CHỌN TRÊN MÀN HÌNH



Để chọn tùy chọn trên màn hình, ấn phím tùy chọn tương ứng. Ví dụ, để truy cập **Method Options**, nhấn phím ngay bên dưới.



2.4.2. CHỌN 1 MỤC TRONG MENU

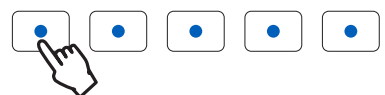
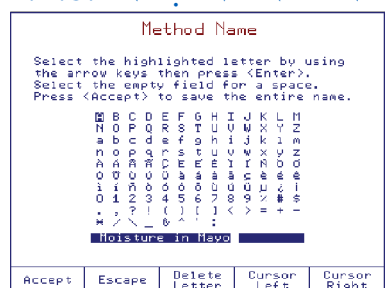


Để chọn 1 mục trong menu, dùng phím Δ và ∇ để di chuyển con trỏ.

Khi menu có nhiều mục, một thanh cuộn sẽ xuất hiện bên phải màn hình.

Để chọn mục đo, nhấn enter hoặc Select .

2.4.3. NHẬP VĂN BẢN



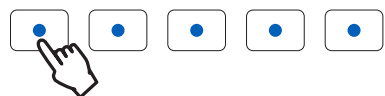
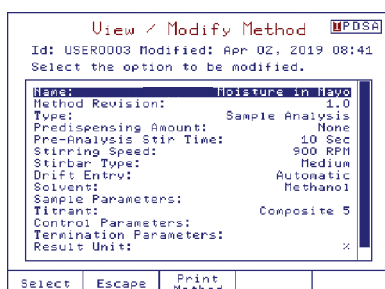
Để xóa thông tin cũ, nhấn Delete Letter .

Dùng phím mũi tên để chọn ký tự mong muốn rồi nhấn

enter .

Để chỉnh sửa, dùng phím Cursor Left và Cursor Right để di chuyển con trỏ.

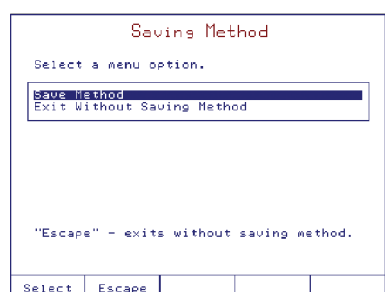
Sau khi chỉnh sửa xong, nhấn Accept .



Tên phương pháp sẽ được cập nhật và hiển thị trong màn hình **View/Modify Method**.

Sau khi thiết lập xong, nhấn Escape .

2.4.4. LƯU TÙY CHỈNH




Màn hình **Saving Method** để yêu cầu người dùng xác nhận lần cuối. Để trở lại ban đầu, nhấn Escape hoặc

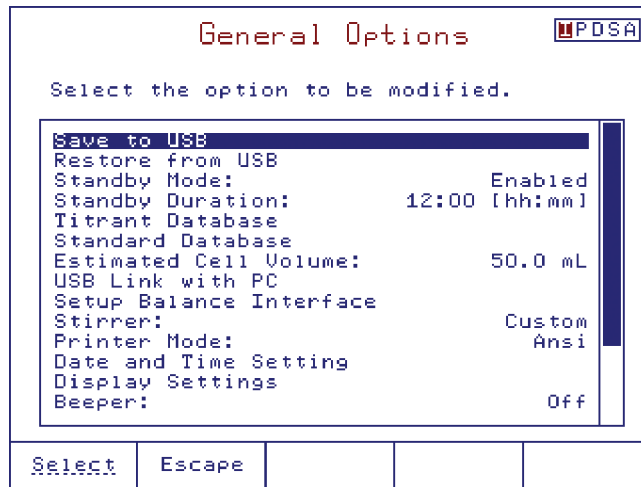
chọn *Exit Without Saving Method* và nhấn Select . Để

xác nhận, chọn *Save Method* và nhấn Select .

Lưu ý: Để truy cập menu trợ giúp, nhấn ? . Để thoát ra, nhấn Escape hoặc ? lần nữa.

3. TỰY CHỌN CHUNG

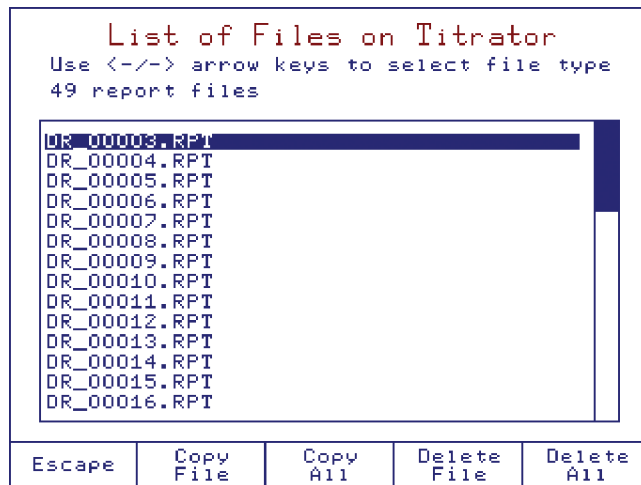
Màn hình **General Options** chứa các thông tin không ảnh hưởng đến quá trình chuẩn độ. Để truy cập, nhấn  trên màn hình chờ.



3.1. LƯU TẬP TIN VÀO USB

Lưu ý: USB phải ở định dạng FAT hoặc FAT32.



Tùy chọn này cho phép người dùng lưu dữ liệu từ máy chuẩn độ vào USB.



Định dạng các tập tin trong máy chuẩn độ:

- Standard Method Files - **HIXXXYY.MTD** (e.g.: HI8101EN.MTD)
- User Method Files - **USERXXXX.MTD** (e.g.: USER0001.MTD)
- Drift/Titration Report Files - **DR_XXXXX.RPT, KF_XXXXX.RPT** (e.g.: KF_00001.RPT)

Cắm thẻ nhớ USB vào máy qua cổng USB ở bên cạnh phải máy.

Sử dụng phím  và  để chọn loại tập tin. Số lượng và tên tập tin sẽ được hiển thị.

Sử dụng phím  và  để di chuyển trong danh sách.

Các phím chức năng:

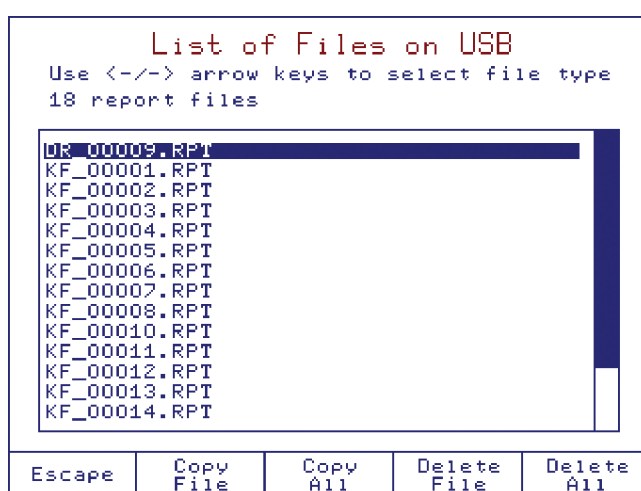
Escape	Quay lại màn hình General Options .
Copy File	Copy file được chọn vào USB.
Copy All	Copies tất cả file vào USB.
Delete File	Deletes file được chọn.
Delete All	Deletes tất cả file.

Lưu ý: Các file được lưu vào folder **HI933** trong USB:

- Phương pháp: **USB Drive \HI933 \Methods *.mtd**
- Bản kết quả: **USB Drive \HI933 \Reports *.rpt**

3.2. KHÔI PHỤC TẬP TIN TỪ USB

Tùy chọn này cho phép người dùng chuyển file từ USB vào máy chuẩn độ.



Định dạng các tập tin có thể chuyển:

- Standard Method Files - **HIXXXXYY.MTD** (e.g.: HI8101 EN.MTD)
- User Method Files - **USERXXXX.MTD** (e.g.: USER0001.MTD)
- Drift/Titration Report Files - **DR_xxxxx.RPT, KF_xxxxx.RPT** (e.g.: KF_00001.RPT)

Cắm thẻ nhớ USB vào máy qua cổng USB ở bên cạnh phải máy.

Sử dụng phím < > để chọn loại tập tin. Số lượng và tên tập tin sẽ được hiển thị.

Sử dụng phím < ^ > và < v > để di chuyển trong danh sách.

Các phím chức năng:

Escape	Quay lại màn hình General Options .
Copy File	Copy file được chọn vào máy chuẩn độ.
Copy All	Copies tất cả file vào máy chuẩn độ.
Delete File	Deletes file được chọn.
Delete All	Deletes tất cả file.

Lưu ý: Để phục hồi tập tin từ USB, các file phương pháp và kết quả đo phải được nằm ở đúng thư mục như sau:

- Phương pháp: **USB Drive \HI933 \Methods *.mtd**
- Bản kết quả: **USB Drive \HI933 \Reports *.rpt**

3.3. STANDBY MODE (CHẾ ĐỘ CHỜ)

Tùy chọn: Disabled hoặc Enabled

Khi kích hoạt tính năng này, máy sẽ tự động trở về chế độ chờ sau khi chuẩn độ xong.

Standby Mode				
Select the option for standby mode.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;"> Disabled Enabled </div>				
Select	Escape			

3.4. STANDBY DURATION (THỜI GIAN CHỜ)

Tùy chọn: 10 minutes đến 72 hours

Người dùng có thể thiết lập thời gian chờ tối đa sau khi chuẩn độ xong.

Standby Duration				
Enter time period (at least 10 min.) for which titrator will run in standby mode.				
hours		minutes		
12		00		
Low Limit: 00:10				
High Limit: 72:00				
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

Máy khuấy sẽ được tự động phát hiện khi kết nối.

3.5. TITRANT DATABASE (THÔNG TIN THUỐC THỬ)

Màn hình này cho phép người dùng lưu trữ thông tin của thuốc thử, bao gồm tên và thông tin hiệu chuẩn.

Titrant Database

Select the KF titrant to be modified.

KF Titrant Composite 2 Composite 1				
Titrant Type: One-component Nominal Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL Standardized Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL Date/Time: Jan 22, 2018 12:18 Titrant Age Reminder: Disabled				
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%; text-align: center;">Escape</td> <td style="width: 25%; text-align: center;">Edit</td> <td style="width: 25%; text-align: center;">New Titrant</td> <td style="width: 25%; text-align: center;">Delete</td> </tr> </table>	Escape	Edit	New Titrant	Delete
Escape	Edit	New Titrant	Delete	

Thuốc thử đang được chọn trong phương pháp sẽ không thể thay đổi thông tin. Để xem chi tiết toàn bộ thông tin thuốc thử, xem phần [Method Options](#).

3.6. STANDARD DATABASE (THÔNG TIN MẪU CHUẨN)

Màn hình này cho phép người dùng lưu trữ thông tin của mẫu chuẩn, bao gồm tên và nồng độ.

Standard Database

Select the KF standard to be modified.

KF Standard Liquid 10 mg/g Liquid 1.0 mg/g Liquid 0.1 mg/g Sodium Tartrate				
Water Content: 10.0000 Concentration Unit: mg/g Type: Liquid by mass Standard Density: 1.000 g/mL				
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 25%; text-align: center;">Escape</td> <td style="width: 25%; text-align: center;">Edit</td> <td style="width: 25%; text-align: center;">New Standard</td> <td style="width: 25%; text-align: center;">Delete</td> </tr> </table>	Escape	Edit	New Standard	Delete
Escape	Edit	New Standard	Delete	

Mẫu chuẩn đang được chọn trong phương pháp sẽ không thể thay đổi thông tin. Để xem chi tiết toàn bộ thông tin mẫu chuẩn, xem phần [Method Options](#).

3.7. ESTIMATED CELL VOLUME (ƯỚC LƯỢNG THỂ TÍCH BÌNH CHUẨN ĐỘ)

Tùy chọn: 0.0 mL đến 200.0 mL

Dùng bàn phím để nhập thể tích ước lượng của dung môi trong bình chuẩn độ.

Estimated Cell Volume				
Confirm the cell has been filled to the "Min" line or enter approximate cell volume.				
<div style="border: 1px solid black; width: 100px; height: 15px; margin: 0 auto; background-color: black; color: white; display: flex; align-items: center; justify-content: center;">50.0 mL</div>				
Low Limit: 0.0 mL High Limit: 200.0 mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

3.8. USB LINK WITH PC (KẾT NỐI VỚI PC)

Để sử dụng tính năng này, cần kết nối cáp USB giữa máy chuẩn độ và PC trước và cài đặt phần mềm **HI900** PC vào PC.

USB Link with PC				
Inactive				
Speed 19200				
	Escape			

"Active/Inactive" thể hiện tình trạng kết nối giữa PC và máy chuẩn độ.

"Active" có nghĩa đang kết nối với PC.

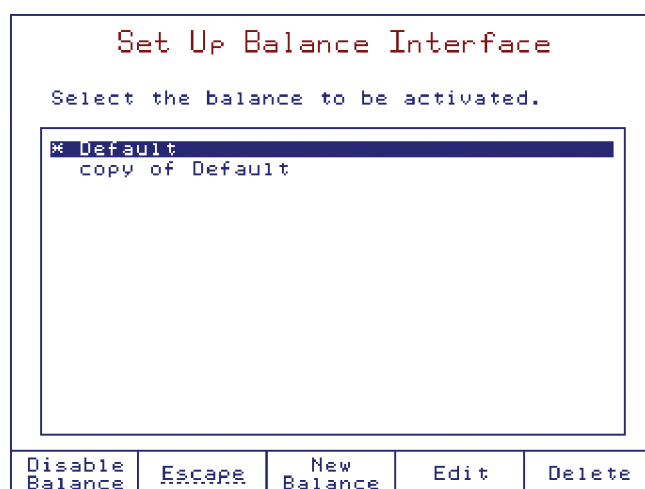
"Ready" có nghĩa máy có thể kết nối với PC.

Trong quá trình chuyển thông tin, màn hình sẽ hiển thị "Transmit" và tình trạng kết nối.

Lưu ý: Để sử dụng phần mềm mới nhất, người dùng có thể truy cập và link sau <http://software.hannainst.com>. Chọn mã sản phẩm phù hợp với nhấn **Download Now**.

3.9. SETUP BALANCE INTERFACE (CÀI ĐẶT GIAO DIỆN CÂN)

Tính năng này cho phép người dùng kết nối cân phân tích để lấy kết quả cân về máy trước khi tiến hành chuẩn độ.



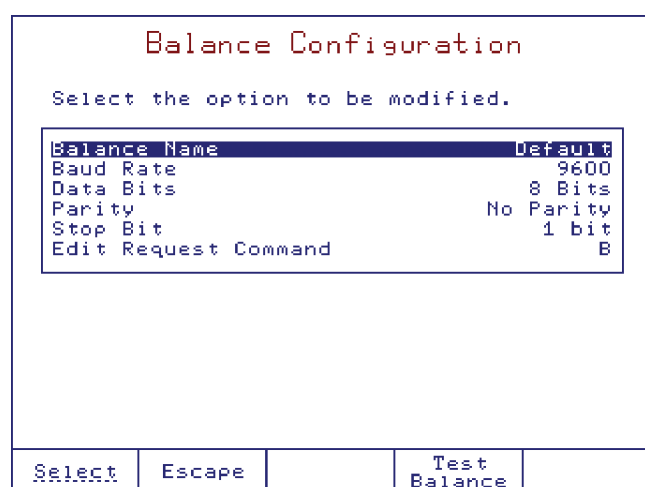
Cân được kết nối qua cổng RS 232.

- Enable Balance Kích hoạt cân đã chọn.
- Disable Balance Vô hiệu hóa cân đã chọn.
- Escape Trở về màn hình **General Options**.
- New Balance Thêm cân mới vào danh sách.
- Edit Tùy chỉnh tên và thông số kết nối. Màn hình **Balance Configuration** sẽ mở.
- Delete Xóa cân đã chọn.

Lưu ý: Ít nhất cần có 1 cân trong danh sách.

Cần đảm bảo các thông số cài đặt trên máy và trên cân phù hợp với nhau (baud rate, data bits, parity, stop bit number, request command syntax). Trong trường hợp cần thiết, người dùng sẽ cần phải thay đổi thông số thiết lập trên cân cho phù hợp.

Trước khi thoát ra, nên kiểm tra lại kết nối với cân bằng cách nhấn Test Balance.



3.10. STIRRER (HỆ THỐNG KHUẤY)

Tùy chọn: Internal, External, Custom

Tính năng này cho phép người dùng thiết lập hệ thống khuấy mà mình muốn.

Stirrer							
Select the option.							
<table border="1"><tr><td>Internal</td></tr><tr><td>External</td></tr><tr><td>Custom</td></tr></table>					Internal	External	Custom
Internal							
External							
Custom							
Select	Escape						

3.11. PRINTER MODE (CHẾ ĐỘ IN)

Tùy chọn: Ansi, Ascii, Text

Printer Mode							
Select the option.							
<table border="1"><tr><td>Ansi</td></tr><tr><td>Ascii</td></tr><tr><td>Text</td></tr></table>					Ansi	Ascii	Text
Ansi							
Ascii							
Text							
Select	Escape						

Ansi mode: Sử dụng chế độ này khi máy in được cài đặt Ansi. Trong chế độ này, các ký tự đặt biệt có trong máy chuẩn độ sẽ được in ra đầy đủ.

Ascii mode: Sử dụng chế độ này khi máy in được cài đặt Ascii. Trong chế độ này, chỉ một vài ký tự đặt biệt trong máy chuẩn độ được in ra.

Text mode: Sử dụng chế độ này khi người dùng không cần in ký tự có dấu.

3.12. DATE AND TIME SETTING (CÀI ĐẶT THỜI GIAN)

Tính năng này cho phép người dùng thiết lập thời gian.

Dùng phím \triangle và ∇ hoặc các phím số để chỉnh thời gian.

Nhấn $\boxed{\text{Next}}$ để qua mục tiếp theo

Nhấn $\boxed{\text{AM/PM}}$ hoặc $\boxed{\text{24-hour}}$ để thay đổi định dạng thời gian.

Date and Time Setting				
Enter the date.				
2	10	2018		
day	month	year		
Enter the time.				
20	41	41		
hour	minute	second		
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	AM/PM

3.13. DISPLAY SETTINGS (CÀI ĐẶT HIỂN THỊ)

Tính năng này cho phép người dùng thiết lập hiển thị trên màn hình.

Các tùy chọn:

$\boxed{\text{Time Increase}}$ Tăng thời gian đèn nền sáng khi không sử dụng

$\boxed{\text{Time Decrease}}$ Giảm thời gian đèn nền sáng khi không sử dụng

Độ sáng đèn nền có thể thay đổi bằng phím \triangle và ∇ .

Có 8 mức cường độ, từ 0 đến 7.

Display Settings			
Use Up/Down keys to adjust Backlight.			
Backlight:	3 >>>		
Backlight ON for:	15 minutes		
Escape		Time Increase	Time Decrease

Một bảng màu sẽ được hiển thị ở trung tâm để giúp người dùng chọn độ sáng phù hợp.

Khi đèn nền tắt, nhấn một phím bất kỳ sẽ kích hoạt lại đèn nền.

Thời gian thiết lập đèn nền là 1 đến 60 phút. Để vô hiệu hóa tính năng này, chọn "Off".

3.14. BEEPER (ÂM BÁO)

Tùy chọn: On hoặc Off

Nếu được kích hoạt (on) máy sẽ phát âm báo khi chuẩn độ xong, khi ấn phím hoặc khi xuất hiện lỗi.

Beeper						
Select the option.						
<table border="1"><tr><td>Beeper Off</td></tr><tr><td>Beeper On</td></tr></table>					Beeper Off	Beeper On
Beeper Off						
Beeper On						
Select	Escape					

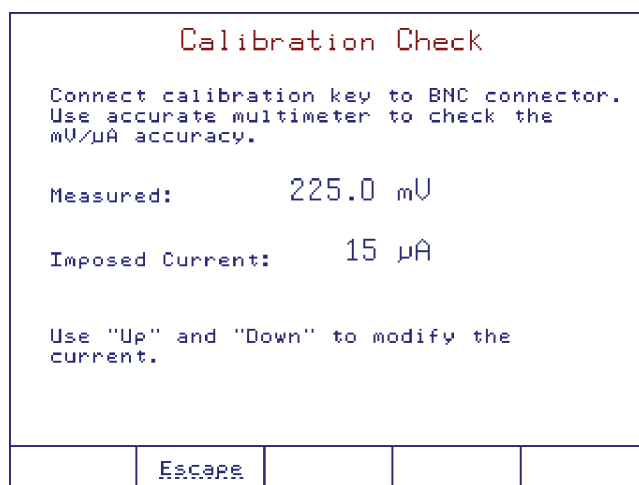
3.15. NGÔN NGỮ

Tùy chọn: English, Español, Português, Français

Set Language								
Select the language.								
<table border="1"><tr><td>English</td></tr><tr><td>Español</td></tr><tr><td>Português</td></tr><tr><td>Français</td></tr></table>					English	Español	Português	Français
English								
Español								
Português								
Français								
Select	Escape							

3.16. CALIBRATION CHECK (KIỂM TRA HIỆU CHUẨN)

Tính năng này giúp người dùng kiểm tra tình trạng của điện cực.



mV đầu vào và cường độ dòng điện phân cực của điện cực sẽ được kiểm tra bằng thiết bị hiệu chuẩn **HI900941** và máy mV/µA đa năng (không bao gồm).

Ngắt kết nối điện cực KF, rồi gắn **HI900941** vào máy qua cổng BNC.

Để kiểm tra mV đầu vào:

Chuyển máy đo đa năng về chế độ mV mode.

Nhấn nút đở trên thiết bị hiệu chuẩn.

Kết nối jack cắm banana trên thiết bị hiệu chuẩn vào máy đo đa năng mV.

Dùng phím \triangle và ∇ để thay đổi cường độ dòng điện.

Giá trị mV trên máy chuẩn độ và trên máy đo đa năng mV không được lệch quá 2%.

Để kiểm tra µA đầu vào:

Chuyển máy đo đa năng về chế độ µA mode.

Nhấn nút đở trên thiết bị hiệu chuẩn.

Kết nối jack cắm banana trên thiết bị hiệu chuẩn vào máy đo đa năng mV.

Giá trị µA trên máy đo đa năng và trên máy chuẩn độ nên tương đương nhau.

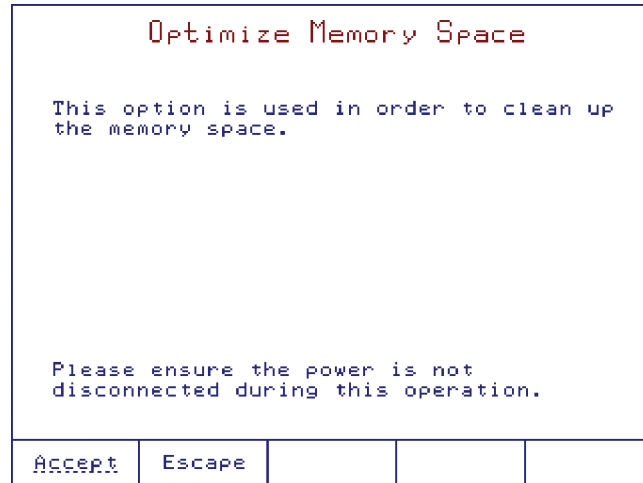
3.17. RESET TO DEFAULT SETTINGS (PHỤC HỒI DỮ LIỆU VỀ BAN ĐẦU)

Lưu ý: Tùy chọn này sẽ xóa hết thông tin của người dùng trong máy.



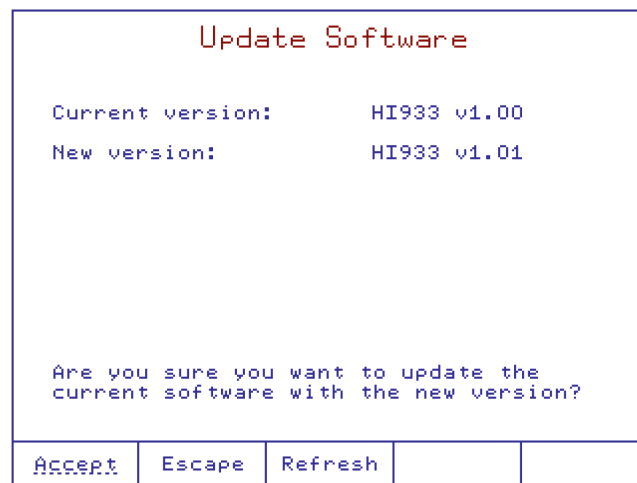
3.18. OPTIMIZE MEMORY SPACE (TỐI ƯU HÓA DUNG LƯỢNG BỘ NHỚ)

Tính năng này sẽ giúp người dùng dọn dẹp dữ liệu của máy, giúp thiết bị hoạt động hiệu quả hơn. Nhấn rồi khởi động lại máy. Không ngắt kết nối nguồn điện trong suốt quá trình.



3.19. UPDATE SOFTWARE (CẬP NHẬT PHẦN MỀM)

Màn hình này cho phép người dùng cập nhật phần mềm qua USB.



Thao tác như sau:


- Sao chép thư mục "**Setup933**" vào USB.
- Cắm USB vào máy chuẩn độ.
- Vào **General Options**, chọn **Update Software**. Máy sẽ hiển thị phiên bản hiện tại và phiên bản mới.
- Nhấn . Sau khi xong, máy sẽ hiển thị thông báo yêu cầu người dùng ngắt kết nối và khởi động lại máy.

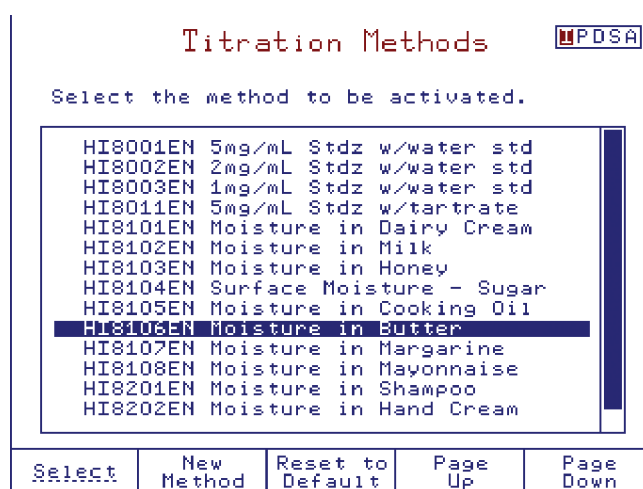
4. PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

Phương pháp chuẩn độ bao gồm tất cả các thông số cần thiết cho một phép chuẩn độ. Máy chuẩn độ cung cấp các phương pháp tiêu chuẩn, các phương pháp này được phát triển bởi Hanna Instruments và có thể được sử dụng để tạo các phương pháp mới theo yêu cầu của người dùng.


Phương pháp tiêu chuẩn và phương pháp người dùng có thể được nâng cấp, lưu trữ hoặc xóa bằng cách kết nối máy chuẩn độ với máy tính bằng phần mềm **HI900 PC** hoặc USB.

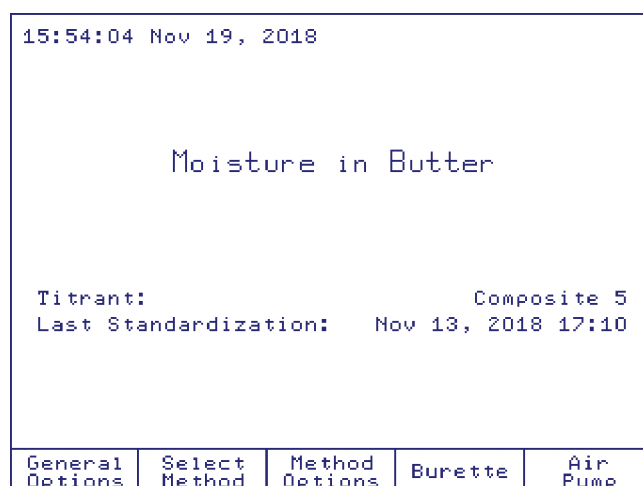
4.1. LỰA CHỌN PHƯƠNG PHÁP

Để lựa chọn phương pháp, nhấn  từ màn hình chính. Danh sách các phương pháp có sẵn sẽ được hiển thị.



Trên màn hình **Titration Methods**, có thể xem danh sách của các phương pháp có sẵn (Standard và User method).

Để chọn một phương pháp, nhấn  tên của phương pháp được chọn sẽ hiển thị trên màn hình chính.



4.2. STANDARD METHOD (PHƯƠNG PHÁP TIÊU CHUẨN)

Standard method là các phương pháp thông dụng được sử dụng trong phân tích. Các thông số của phương pháp có thể được thay đổi bởi người dùng (xem phần **Method Options**).

Ngoài ra, Standard method có thể được sử dụng để tạo ra các phương pháp mới.

4.2.1. NÂNG CẤP STANDARD METHODS

Để nâng cấp máy chuẩn độ với những Standard method mới, làm như sau:

Nếu sử dụng USB:

- Cắm USB vào cổng USB, nằm bên phải của máy chuẩn độ.
- Nhấn **General Options** từ màn hình chính.
- Nhấn phím **▲** và **▼**, chọn *Restore từ tùy chọn USB Storage Device* và nhấn **Select**.
- Sử dụng phím **<** và **>**, tìm "Standard method files". Danh sách các Standard method có sẵn được hiển thị.
- Nhấn phím **Copy File** hoặc **Copy All** để nâng cấp bộ chuẩn độ với các Standard method.
- Nhấn **Escape** để quay lại màn hình **General Options**.

Nếu sử dụng PC:

Bộ chuẩn độ có thể được nâng cấp với các Standard method từ PC khi sử dụng phần mềm **HI900** (xem phần **General Options**).

4.2.2. XÓA STANDARD METHODS

Có thể xóa các Standard method không cần thiết khỏi bộ chuẩn độ theo quy trình:

Từ màn hình General Options:

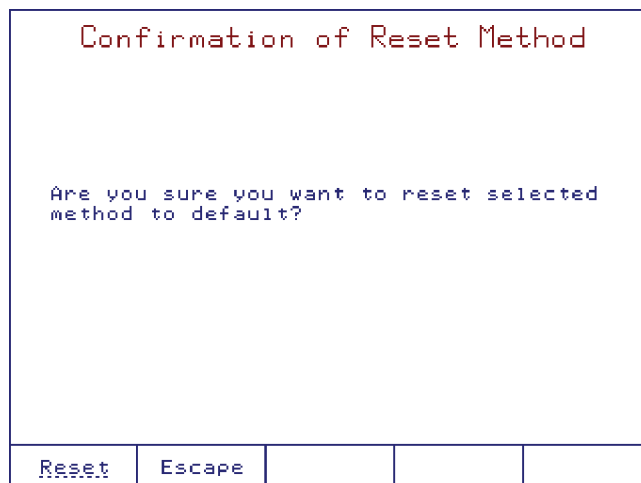
- Sử dụng phím **▲** và **▼**, chọn *Save to USB* và nhấn **Select**.
- Sử dụng phím **<** và **>**, tìm "Standard method files". Danh sách các Standard method có sẵn được hiển thị.
- Nhấn phím **Delete** hoặc **Delete All** để xóa những Standard method không cần thiết.
- Nhấn **Escape** để quay lại màn hình **General Options**.

Từ PC:

Các Standard method có thể được xóa khỏi bộ chuẩn độ bằng phần mềm **HI900** (xem phần **General Options**).

4.2.3. KHÔI PHỤC STANDARD METHODS VỀ CÀI ĐẶT NHÀ MÁY

Bạn có thể khôi phục các Standard method về cài đặt mặc định ban đầu bằng cách chọn phương pháp đó và nhấn **Reset to Default**.



4.3. USER METHODS (PHƯƠNG PHÁP NGƯỜI DÙNG)

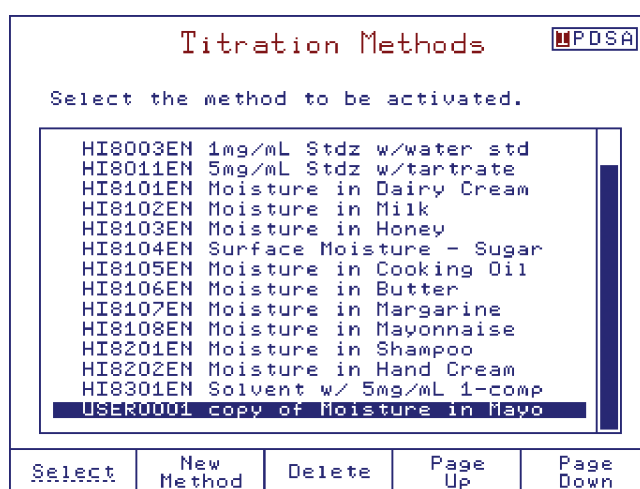
Những phương pháp này được tạo ra bởi người dùng (bằng cách sửa đổi các Standard method).

User method có thể được phát triển để phù hợp với yêu cầu của người dùng. Tất cả các thông số của phương pháp có thể được chỉnh sửa bởi người dùng.

4.3.1. TẠO USER METHODS

Để tạo một User method mới từ Standard method hoặc từ một User method bất kì trước đó, làm như sau:

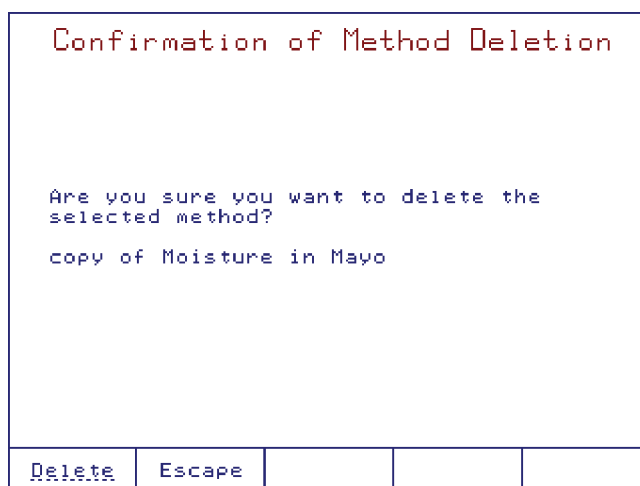
- Nhấn từ màn hình chính.
- Sử dụng phím và , chọn một phương pháp từ danh sách
- Nhấn , User method mới đã được tạo ra.
- Nhấn để kích hoạt phương pháp vừa tạo.







Lưu ý: Số lượng phương pháp cài đặt trên máy chuẩn độ có giới hạn. Máy chuẩn độ có thể chứa 100 phương pháp (bao gồm Standard method và User method). Khi đạt đến giới hạn, một thông báo sẽ được hiển thị.

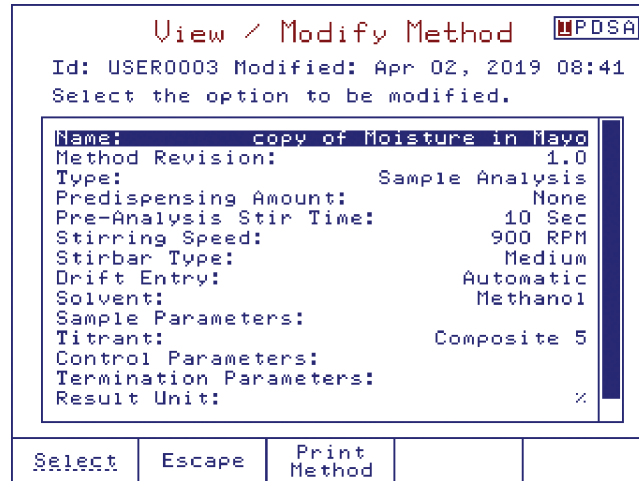
4.3.2. XÓA USER METHODS

Để xóa User method, nhấn từ màn hình chính. Chọn phương pháp muốn xóa và nhấn . Màn hình hiển thị thông báo để xác nhận lại. Nhấn để xóa, hoặc nhấn nếu không xóa.



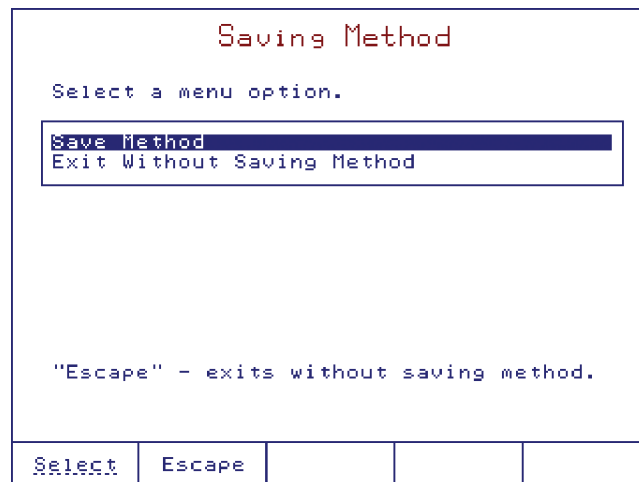
4.4. VIEW/MODIFY METHOD (XEM/CHỈNH SỬA PHƯƠNG PHÁP)

Để chỉnh sửa thông số của phương pháp, nhấn  từ màn hình chính. Danh sách các thông số của phương pháp được chọn sẽ hiển thị. Nhấn phím  và  để chọn những thông số muốn chỉnh sửa và nhấn .



Để thoát màn hình **View/Modify Method**, nhấn phím , và chọn *Save Method* và nhấn  để lưu các thay đổi.

Nhấn  để hủy bỏ thay đổi.



4.5. METHOD OPTIONS (TÙY CHỌN PHƯƠNG PHÁP)

Lưu ý: Chỉ có một số tùy chọn có thể thay đổi được trong Standard method.

4.5.1. METHOD NAME (TÊN PHƯƠNG PHÁP)

Tùy chọn: 24 ký tự

Method Name

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï
Ò	Ó	Ô	Õ	à	á	â	ã	ç	è	é	ê	ë
ì	í	î	ï	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ÿ
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	&	^	'	:					

Water in Butter

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

4.5.2. METHOD REVISION (PHIÊN BẢN PHƯƠNG PHÁP)

Tùy chọn: 3 ký tự

Method Revision

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. The revision string format is "X.X".

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï
Ò	Ó	Ô	Õ	à	á	â	ã	ç	è	é	ê	ë
ì	í	î	ï	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ÿ
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	&	^	'	:					

1.00

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

4.5.3. METHOD TYPE (PHÂN LOẠI PHƯƠNG PHÁP)

Tùy chọn: Sample Analysis (Phân tích mẫu) hoặc Titrant Standardization (Chuẩn hóa chất chuẩn)

Method Type						
Choose the method application type.						
<table border="1"> <tr> <td>Sample Analysis</td> </tr> <tr> <td>Titrant Standardization</td> </tr> </table>					Sample Analysis	Titrant Standardization
Sample Analysis						
Titrant Standardization						
Select	Escape					

4.5.4. PREDISPENSING AMOUNT (BƠM TRƯỚC MỘT LƯỢNG CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: 0% đến 90%

Nếu biết hàm lượng nước gần đúng của mẫu, có thể rút ngắn thời gian chuẩn độ bằng cách thêm một lượng lớn chất chuẩn khi bắt đầu.

Predispensing Amount						
Enter the percentage of titrant volume that will be predispensed.						
<table border="1"> <tr> <td>40</td> <td>%</td> </tr> </table>					40	%
40	%					
Low Limit: 0 %						
High Limit: 90 %						
Accept	Escape	Delete Digit				

Để tắt tính năng này nhập giá trị bơm trước là 0%.

4.5.5. PRE-ANALYSIS STIR TIME (THỜI GIAN KHUẤY TRƯỚC CHUẨN ĐỘ)

Tùy chọn: 0 đến 1000 giây

Để tránh kết quả sai hoặc không đúng điểm cuối, mẫu phải được hòa tan hoàn toàn trong dung môi trước khi bắt đầu chuẩn độ.

Sau khi mẫu được thêm vào cốc chuẩn độ, máy chuẩn độ sẽ khuấy trong khoảng thời gian được cài đặt trước khi chất chuẩn độ được thêm vào.

Pre-Analysis Stir Time				
Enter the initial mixing time prior to the start of the titration.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px 10px;">10</div> seconds				
Low Limit: 0 seconds High Limit: 1000 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.6. STIRRER SPEED (TỐC ĐỘ KHUẤY)

Tùy chọn: 200 đến 2000 RPM

Stirring Speed				
Enter the speed of the stirrer during the titration.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px 10px;">500</div> RPM				
Low Limit: 200 RPM High Limit: 2000 RPM				
Accept	Escape	Delete Digit		

Máy khuấy sẽ duy trì hoạt động khi phương pháp được kích hoạt. Khi máy khuấy đang chạy, tốc độ có thể được điều chỉnh bất cứ lúc nào bằng cách sử dụng phím \triangle và ∇ .

4.5.7. STIRBAR TYPE (LOẠI CÁ TỪ)

Tùy chọn: 10 ký tự

Stirbar Type																																																		
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the stirbar type.																																																		
<input checked="" type="checkbox"/>	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M																																						
	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z																																					
	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m																																					
	n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z																																					
	À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ																													
	Ö	Ø	Ù	Ú	Û	Ü	Ý	à	á	â	ã	ä	å	æ	ç	è	é	ê	ë	ì	í	î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ø	ù	ú	û	ü	ý	ÿ	#	\$	%	&	'	()	*	+	,	-	.	:	;"/>

4.5.8. DRIFT ENTRY (NHẬP GIÁ TRỊ DRIFT RATE)

Tùy chọn: Automatic (Tự động) hoặc User (Tùy chỉnh)

Drift Entry						
Choose the drift entry mode.						
<table border="1"> <tr> <td>Automatic</td> </tr> <tr> <td>User</td> </tr> </table>					Automatic	User
Automatic						
User						
Select	Escape					

Automatic: Drift rate sẽ được tính toán tự động sau quá trình trước chuẩn độ.

User: Drift rate được cài đặt giá trị cố định (bởi người dùng). Người dùng sẽ nhập giá trị Drift rate ước lượng. Quá trình phân tích giá trị Drift rate sẽ được bỏ qua.

User Drift Value						
Enter the background drift value for final result correction.						
<table border="1"> <tr> <td>8.0</td> <td>µg/min</td> </tr> </table>					8.0	µg/min
8.0	µg/min					
Low Limit: 0.0 µg/min						
High Limit: 10.0 µg/min						
Accept	Escape	Delete Digit				

4.5.9. SOLVENT NAME (TÊN DUNG MÔI)

Tùy chọn: 15 ký tự.

Solvent Name

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	È	É	Ê	Ë	Ì	Í
Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý
à	á	â	ã	ä	å	æ	è	é	ê	ë	ì	í
î	ï	ñ	ò	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	~	^	'	:					

Methanol

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

4.5.10. SAMPLE PARAMETERS (THÔNG SỐ MẪU TRONG SAMPLE ANALYSIS)

Màn hình này cho phép người dùng tạo các thông số của mẫu phân tích.

Sample Parameters

Select the option to be modified.

Sample Determ.:	External Dissolution
Sample Name:	Butter
Sample Size:	0.7500 g
External Solvent Size:	40.0000 g
External Solvent Conc.:	0.0100 %
Dissolved Sample Size:	3.0000 g

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

4.5.10.1. SAMPLE DETERMINATION (LOẠI MẪU)

Tùy chọn: Normal (Mẫu thông thường), External Extraction (Mẫu chiết xuất bên ngoài), External Dissolution (Mẫu hòa tan hòa bên ngoài)

Sample Determination

Select the sample determination mode.

Normal
External Extraction
External Dissolution

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

Normal: Việc phân tích được thực hiện bằng cách chuẩn độ trực tiếp mẫu. Mẫu hòa tan trong dung môi hoặc được phân chia với sự phân bố đồng nhất của nước.

External extraction: Mẫu không tan trong dung môi, cần chiết xuất nước bên ngoài.

External dissolution: Mẫu có hàm lượng nước rất cao, nước phân bố không đồng nhất hoặc chậm hòa tan. Mẫu được hòa tan riêng biệt bên ngoài và sau đó một lượng nhỏ dung môi được đem đi chuẩn độ.

Xem phần **Optimization** để biết chi tiết.

4.5.10.1.1. NOMAL (MẪU THÔNG THƯỜNG)

Sample Parameters												
Select the option to be modified.												
<table border="1"> <tr> <td>Sample Determ.:</td> <td>Normal</td> </tr> <tr> <td>Sample Name:</td> <td>Mayonnaise</td> </tr> <tr> <td>Sample Type:</td> <td>Mass</td> </tr> <tr> <td>Sample Size:</td> <td>0.7500 g</td> </tr> </table>					Sample Determ.:	Normal	Sample Name:	Mayonnaise	Sample Type:	Mass	Sample Size:	0.7500 g
Sample Determ.:	Normal											
Sample Name:	Mayonnaise											
Sample Type:	Mass											
Sample Size:	0.7500 g											
Select	Escape											

Sample Name (Tên mẫu)

Tùy chọn: 15 ký tự

Sample Name																																																																																																																																																																
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.																																																																																																																																																																
<table border="1"> <tr><td>␣</td><td>B</td><td>C</td><td>D</td><td>E</td><td>F</td><td>G</td><td>H</td><td>I</td><td>J</td><td>K</td><td>L</td><td>M</td></tr> <tr><td>N</td><td>O</td><td>P</td><td>Q</td><td>R</td><td>S</td><td>T</td><td>U</td><td>V</td><td>W</td><td>X</td><td>Y</td><td>Z</td></tr> <tr><td>a</td><td>b</td><td>c</td><td>d</td><td>e</td><td>f</td><td>g</td><td>h</td><td>i</td><td>j</td><td>k</td><td>l</td><td>m</td></tr> <tr><td>n</td><td>o</td><td>p</td><td>q</td><td>r</td><td>s</td><td>t</td><td>u</td><td>v</td><td>w</td><td>x</td><td>y</td><td>z</td></tr> <tr><td>À</td><td>Á</td><td>Â</td><td>Ã</td><td>Ä</td><td>Å</td><td>Æ</td><td>Ç</td><td>È</td><td>É</td><td>Ê</td><td>Ë</td><td>Ì</td></tr> <tr><td>Í</td><td>Î</td><td>Ï</td><td>Ñ</td><td>Ò</td><td>Ó</td><td>Ô</td><td>Õ</td><td>Ö</td><td>Ù</td><td>Ú</td><td>Û</td><td>Ü</td></tr> <tr><td>Ý</td><td>à</td><td>á</td><td>â</td><td>ã</td><td>ä</td><td>å</td><td>æ</td><td>ç</td><td>è</td><td>é</td><td>ê</td><td>ë</td></tr> <tr><td>ì</td><td>í</td><td>î</td><td>ï</td><td>ñ</td><td>ó</td><td>ô</td><td>õ</td><td>ö</td><td>ù</td><td>ú</td><td>û</td><td>ü</td></tr> <tr><td>ý</td><td>ÿ</td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td>0</td><td>1</td><td>2</td><td>3</td><td>4</td><td>5</td><td>6</td><td>7</td><td>8</td><td>9</td><td>*</td><td>#</td><td>\$</td></tr> <tr><td>.</td><td>,</td><td>?</td><td>!</td><td>(</td><td>)</td><td>[</td><td>]</td><td><</td><td>></td><td>=</td><td>+</td><td>-</td></tr> <tr><td>*</td><td>/</td><td>\</td><td>_</td><td>~</td><td>^</td><td>'</td><td>:</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </table>					␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m	n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z	À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì	Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý	à	á	â	ã	ä	å	æ	ç	è	é	ê	ë	ì	í	î	ï	ñ	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü	ý	ÿ												0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	*	#	\$.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-	*	/	\	_	~	^	'	:					
␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M																																																																																																																																																				
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z																																																																																																																																																				
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m																																																																																																																																																				
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z																																																																																																																																																				
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì																																																																																																																																																				
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü																																																																																																																																																				
Ý	à	á	â	ã	ä	å	æ	ç	è	é	ê	ë																																																																																																																																																				
ì	í	î	ï	ñ	ó	ô	õ	ö	ù	ú	û	ü																																																																																																																																																				
ý	ÿ																																																																																																																																																															
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	*	#	\$																																																																																																																																																				
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-																																																																																																																																																				
*	/	\	_	~	^	'	:																																																																																																																																																									
Mayonnaise																																																																																																																																																																
Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right																																																																																																																																																												

Sample Type (Phân loại)

Tùy chọn: Mass (Khối lượng), Volume (Thể tích), Pieces (Số mảnh).

Sample Type							
Choose the sample amount type.							
<table border="1"> <tr> <td>Mass</td> </tr> <tr> <td>Volume</td> </tr> <tr> <td>Pieces</td> </tr> </table>					Mass	Volume	Pieces
Mass							
Volume							
Pieces							
Select	Escape						

Sample Size (Kích thước mẫu)

Tùy chọn: 0.0010 đến 100.0000 g, 0.0010 đến 100.0000 mL, 1 đến 100 mảnh

Sample Size						
Enter the sample size in current unit.						
<table border="1"> <tr> <td>0.7500</td> <td>g</td> </tr> </table>					0.7500	g
0.7500	g					
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g						
Accept	Escape	Delete Digit				

Sample Size						
Enter the sample size in current unit.						
<table border="1"> <tr> <td>1</td> <td>pcs</td> </tr> </table>					1	pcs
1	pcs					
Low Limit: 1 pcs High Limit: 100 pcs						
Accept	Escape	Delete Digit				

Sample Density (Tỷ trọng mẫu lỏng theo thể tích)

Tùy chọn: 0.200 đến 3.000 g/mL

Sample Density				
Enter the value of sample density.				
1.000 g/mL				
Low Limit: 0.200 g/mL High Limit: 3.000 g/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.10.1.2. EXTERNAL EXTRACTION (MẪU CHIẾT XUẤT BÊN NGOÀI)

Sample Parameters	
Select the option to be modified.	
Sample Determ.:	External Extraction
Sample Name:	Mayonnaise
Sample Size:	0.7500 g
External Solvent Size:	40.0000 g
External Solvent Conc.:	0.0100 %
Extracted Sample Size:	1.0000 g
Select	Escape

Sample Name (Tên mẫu)

Tùy chọn: 15 ký tự

Sample Name	
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.	
<pre> M B C D E F G H I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t u v w x y z À Á Â Ã Ä Å Æ Ç È É Ê Ë Ì Í Î Ï Ñ Ò Ó ì í ñ ò ó ô õ ö ù ú û ü ÿ ž 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 % # \$. , ? ! () [] < > = + - * / \ _ ` ^ ` : </pre>	
Mayonnaise	
Accept	Escape
Delete Letter	Cursor Left
	Cursor Right

Sample Size (Kích thước mẫu)

Tùy chọn: 0.0010 đến 100.0000 g

Sample Size				
Enter the sample size in current unit.				
0.7500 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

External Solvent Size (Kích thước dung môi)

Tùy chọn: 0.0010 đến 100.0000 g

External Solvent Size				
Enter the size of the solvent used to prepare the supernatant.				
40.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

External Solvent Concentration (Nồng độ dung môi)

Tùy chọn: 0.0100 đến 100.0000 %

External Solvent Concentration				
Enter the solvent concentration used to prepare the supernatant.				
0.0100 %				
Low Limit: 0.0100 % High Limit: 100.0000 %				
Accept	Escape	Delete Digit		

Extracted Sample Size (Kích thước mẫu đã được chiết xuất)

Tùy chọn: 0.0010 đến 100.0000 g

Extracted Sample Size				
Enter the extracted sample size used to prepare the supernatant.				
1.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.10.1.3. EXTERNAL DISSOLUTION (MẪU HÒA TAN BÊN NGOÀI)

Sample Parameters	
Select the option to be modified.	
Sample Determ.:	External Dissolution
Sample Name:	Mayonnaise
Sample Size:	0.7500 g
External Solvent Size:	40.0000 g
External Solvent Conc.:	0.0100 %
Dissoluted Sample Size:	1.0000 g
Select	Escape

Sample Name (Tên mẫu)

Tùy chọn: 15 ký tự

Sample Name	
Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the sample name.	
<pre> M B C D E F G H I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t u v w x y z À Á Â Ã Ä Å Æ Ç È É Ê Ë Ì Í Î Ï Ñ Ò Ó ì í ñ ò ó ô õ ö ù ú û ü ÿ ž 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 % # \$. , ? ! () [] < > = + - * / \ _ ` ^ ' : </pre>	
Mayonnaise	
Accept	Escape
Delete Letter	Cursor Left
Cursor Right	

Sample Size (Kích thước mẫu)

Tùy chọn: 0.0010 đến 100.0000 g

Sample Size				
Enter the sample size in current unit.				
0.7500 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

External Solvent Size (Kích thước dung môi)

Tùy chọn: 0.0010 đến 100.0000 g

External Solvent Size				
Enter the size of the solvent used to prepare the supernatant.				
40.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 100.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

External Solvent Concentration (Nồng độ dung môi)

Tùy chọn: 0.0100 đến 100.0000 %

External Solvent Concentration				
Enter the solvent concentration used to prepare the supernatant.				
0.0100 %				
Low Limit: 0.0100 %				
High Limit: 100.0000 %				
Accept	Escape	Delete Digit		

Dissoluted Sample Size (Kích thước mẫu đã được hòa tan)

Tùy chọn: 0.0010 đến 100.0000 g

Dissoluted Sample Size				
Enter the dissoluted sample size used to prepare the supernatant.				
1.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 100.0000 g				
ACCEPT	Escape	Delete Digit		

4.5.11. STANDARD (TRONG TITRANT STANDARDIZATION)

Màn hình cho phép người dùng tạo một cơ sở dữ liệu chất chuẩn và tùy chỉnh các tham số liên quan.

Sử dụng phím Δ và ∇ , chọn tiêu chuẩn chất chuẩn trong danh sách và nhấn Select.

Standard Database														
Select the KF standard to be modified.														
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">KF Standard</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Liquid 10 mg/g</td> <td style="background-color: #e0e0e0;"></td> </tr> <tr> <td>Liquid 1.0 mg/g</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Liquid 0.1 mg/g</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Sodium Tartrate</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>					KF Standard		Liquid 10 mg/g		Liquid 1.0 mg/g		Liquid 0.1 mg/g		Sodium Tartrate	
KF Standard														
Liquid 10 mg/g														
Liquid 1.0 mg/g														
Liquid 0.1 mg/g														
Sodium Tartrate														
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Water Content:</td> <td>10.0000</td> </tr> <tr> <td>Concentration Unit:</td> <td>mg/g</td> </tr> <tr> <td>Type:</td> <td>Liquid by mass</td> </tr> <tr> <td>Standard Density:</td> <td>1.000 g/mL</td> </tr> </tbody> </table>					Water Content:	10.0000	Concentration Unit:	mg/g	Type:	Liquid by mass	Standard Density:	1.000 g/mL		
Water Content:	10.0000													
Concentration Unit:	mg/g													
Type:	Liquid by mass													
Standard Density:	1.000 g/mL													
Select	Escape	Edit	New Standard	Delete										

Nhấn Select nếu muốn sử dụng tiêu chuẩn chất chuẩn đã chọn cho phép chuẩn độ.

Nhấn Escape nếu muốn quay lại màn hình View/Modify Methods.

Nhấn Edit nếu muốn chỉnh sửa thông số chất chuẩn Karl Fischer.

Nhấn New Standard nếu muốn tạo và thêm chuẩn mới vào dữ liệu chất chuẩn Karl Fischer

Nhấn Delete nếu muốn xóa chất chuẩn Karl Fischer trong danh sách

Titrant standardization method của Hanna được thiết kế với các chất chuẩn cụ thể. HI933 sẽ tự động chọn một chất chuẩn thích hợp khi phương pháp được chọn. Nếu chất chuẩn này không có trong cơ sở dữ liệu, một tiêu chuẩn mới sẽ được tạo ra.

KF Standard Options

Select the option to be modified.

Name:	Liquid 10 mg/g
Type:	Liquid by mass
Concentration Unit:	mg/g
Water Content:	10.0000

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

4.5.11.1. STANDARD NAME (TÊN CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: 15 ký tự

Standard Name

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

█	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	
	N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
	n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
	À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
	Í	Î	Ï	Ñ	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü	Ý
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
	.	,	!	()	[]	<	>	=	+	-	
	*	/	\	_	~	^	'	:					

█ Liquid 10 mg/g █

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

4.5.11.2. STANDARD TYPE (PHÂN LOẠI CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: Solid by mass (khối lượng chất rắn), Liquid by mass (khối lượng chất lỏng), hoặc Liquid by volume (thể tích chất lỏng).

Standard Type

Select the Karl Fischer standard type.

Solid by mass
Liquid by mass
Liquid by volume

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

4.5.11.3. STANDARD CONCENTRATION UNIT (ĐƠN VỊ NỒNG ĐỘ)

Tùy chọn: %[W/W], ppm, mg/g hoặc mg/mL

Standard Concentration Unit																								
Select the standard concentration unit.																								
<table border="1"> <tr> <td>%[W/W]</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>ppm</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>mg/g</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>mg/mL</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>					%[W/W]					ppm					mg/g					mg/mL				
%[W/W]																								
ppm																								
mg/g																								
mg/mL																								
Select	Escape																							

4.5.11.4. WATER CONTENT (HÀM LƯỢNG NƯỚC)

Tùy chọn: 0.0100 đến 1000.0000 mg/g

Standard Concentration									
Enter the standard concentration.									
<table border="1"> <tr> <td>10.0000</td> <td>mg/g</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>					10.0000	mg/g			
10.0000	mg/g								
Low Limit: 0.0100 mg/g									
High Limit: 1000.0000 mg/g									
Accept	Escape	Delete Digit							

4.5.11.5. STANDARD SIZE (KÍCH THƯỚC CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: 0.0010 đến 50.0000 g

Sử dụng bàn phím số để nhập số g hoặc mL được sử dụng trong tiêu chuẩn chuẩn hóa. Khi bắt đầu chuẩn hóa mới, máy chuẩn độ sẽ nhắc về khối lượng hoặc thể tích chất chuẩn chính xác. Kích thước chất chuẩn có thể được lấy tự động từ cân phân tích khi tính năng này được bật.

Standard Size				
Enter the value for standard size.				
0.0000 g				
Low Limit: 0.0010 g				
High Limit: 50.0000 g				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.11.6. STANDARD DENSITY (TỶ TRỌNG CHẤT CHUẨN LỎNG)

Tùy chọn: 0.200 đến 3.000 g/mL

Standard Density				
Enter the value of standard density.				
1.000 g/mL				
Low Limit: 0.200 g/mL				
High Limit: 3.000 g/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.12. TITRANT (CHẤT CHUẨN)

Người dùng có thể truy cập vào cơ sở dữ liệu chất chuẩn Karl Fischer và tùy chỉnh các thông số liên quan.

Sử dụng phím \triangle và ∇ , chọn chất chuẩn từ danh sách và nhấn Select.

Titrant Database

Select the KF titrant to be modified.

Composite 5

Composite 2

Composite 1

Titrant Type: One-comp. (Ketone/Aldehyde)
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Standardized Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Nov 13, 2018 17:10
 Titrant Age Reminder: Disabled

Select	Escape	Edit	New Titrant	Delete
--------	--------	------	----------------	--------

Nhấn Select nếu sử dụng chất chuẩn đã chọn cho Titrant standardization.

Nhấn Escape để quay lại màn hình **View/Modify Methods**.

Nhấn Edit để chỉnh sửa thông số chất chuẩn

Nhấn New
Titrant để tạo chất chuẩn mới

Nhấn Delete để xóa chất chuẩn khỏi cơ sở dữ liệu.

KF Titrant Options

Select the option to be modified.

Titrant Name: Composite 5

Titrant Type: One-comp. (Ketone/Aldehyde)
 Nominal Titrant Conc. 5.0000 mg/mL
 Standardized Titrant Conc. 5.0000 mg/mL
 Titrant Age Reminder: Disabled

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

4.5.12.1. TITRANT NAME (TÊN CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: 15 ký tự

Titrant Name

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press <Enter>. Select the empty field for a space. Press <Accept> to save the entire name.

␣	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
N	O	P	Q	R	S	T	U	V	W	X	Y	Z
a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m
n	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x	y	z
À	Á	Â	Ã	Ä	Å	Æ	Ç	È	É	Ê	Ë	Ì
Í	Î	Ï	Ñ	Ò	Ó	Ô	Õ	Ö	Ù	Ú	Û	Ü
Ý	ÿ	ñ	õ	ö	ø	ù	ú	û	ü	ÿ	ÿ	ÿ
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	%	#	\$
.	,	?	!	()	[]	<	>	=	+	-
*	/	\	_	^	'	:	:	:	:	:	:	:

Composite 5

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right
--------	--------	---------------	-------------	--------------

4.5.12.2. TITRANT TYPE (PHÂN LOẠI CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: One-component, One-component (Ketone/Aldehyde), Two-components (Methanol), Two-components (Ethanol) hoặc Others

Titrant Type

Select the Karl Fischer titrant type.

One-component
One-comp. (Ketone/Aldehyde)
Two-components, Methanol
Two-components, Ethanol
Others

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

4.5.12.3. NOMINAL TITRANT CONCENTRATION (NỒNG ĐỘ CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: 0.0010 đến 20.0000 mg/mL

Nominal Titrant Conc.

Enter the nominal titrant concentration.

5.0000 mg/mL

Low Limit: 0.0010 mg/mL
High Limit: 20.0000 mg/mL

Accept	Escape	Delete Digit		
--------	--------	--------------	--	--

4.5.12.4. STANDARDIZED TITRANT CONCENTRATION (NỒNG ĐỘ CHẤT CHUẨN TIÊU CHUẨN)

Standardized Titrant Conc.				
Enter the standardized titrant conc.				
5.0000 mg/mL				
Low Limit: 4.0000 mg/mL High Limit: 6.0000 mg/mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.12.5. TITRANT AGE REMINDER (NHẮC NHỞ TUỔI THỌ CHẤT CHUẨN)

Tùy chọn: Off, 0 đến 31 ngày

Một lời nhắc sẽ xuất hiện khi đến lúc kiểm tra nồng độ chất chuẩn hoặc thay đổi chất chuẩn.

Titrant Age Reminder				
Enter the time allowed to elapse before the standardization reminder appears.				
days	hours	minutes		
2	00	00		
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

4.5.13. CONTROL PARAMETER (KIỂM SOÁT THÔNG SỐ)

Người dùng có thể truy cập và sửa chữa thông số liên quan đến máy chuẩn độ.

Control Parameters				
Select the option to be modified.				
Start Mode:	Normal			
Imposed Current:	20 μ A			
Dosing Parameters:				
Max Dosing Mode:	Disabled			
Timed Increment:	1 second			
End Point Value:	180.0 mV			
Signal Averaging:	3 Readings			
Flow Rate:	10.0 mL/min			
Select	Escape			

4.5.13.1. START MODE

Tùy chọn: Cautious hoặc Normal

Start Mode

Select the KF titration start mode.

Cautious	
Normal	

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

Cautious: Bắt đầu chuẩn độ với liều tối thiểu để tránh quá điểm cuối.

Normal: Bắt đầu chuẩn độ với giá trị liều trung bình giữa liều tối thiểu và liều tối đa (nghĩa là liều tối thiểu 5 μL , liều tối đa 25 μL , liều đầu tiên sẽ là 15 μL).

4.5.13.2. IMPOSED CURRENT (CƯỜNG ĐỘ DÒNG ĐIỆN GIỮA 2 PIN)

Tùy chọn: 1 μA , 2 μA , 5 μA , 10 μA , 15 μA , 20 μA , 30 μA , or 40 μA

Sử dụng phím \triangle và ∇ để lựa chọn dòng phân cực điện cực trong danh sách.

Imposed Current

Choose the imposed current value in uA.

1 uA	
2 uA	
5 uA	
10 uA	
15 uA	
20 uA	
30 uA	
40 uA	

Select	Escape			
--------	--------	--	--	--

Lưu ý: Dòng phân cực cao hơn sẽ tăng tốc độ nhiễm bẩn của điện cực và làm giảm điện thế của mẫu.

4.5.13.3. DOSING PARAMETERS (CÀI ĐẶT LIỀU)

Tùy chọn: 0.125 đến 4000 μL

Dosing Parameters				
Enter the minimum and maximum dose.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;">0.500 μL - min Vol</div>				
40.000 μL - max Vol				
Press <Next> to move to the next entry.				
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

4.5.13.4. MAX DOSING MODE (CHẾ ĐỘ LIỀU TỐI ĐA)

Tùy chọn: Disabled hoặc Enabled

Khi bật chế độ này, máy chuẩn độ sẽ sử dụng thuật toán định lượng đảm bảo chuẩn độ nhanh hơn bằng cách thay đổi chế độ định lượng nếu mV ở xa điểm cuối.

Thuật toán sẽ sử dụng liều tối đa nếu chênh lệch giữa giá trị mV và điểm cuối cao hơn 150 mV.

Tắt chế độ này nếu muốn chuẩn độ với độ chính xác cao hơn.

Max Dosing Mode				
Select the option for max dosing mode.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; display: inline-block;"> Disabled Enabled </div>				
Select	Escape			

4.5.13.5. TIME INCREMENT (BƠM TUYẾN TÍNH THEO THỜI GIAN)

Sử dụng phím \triangle và ∇ để nhập vào khoảng thời gian giữa 2 lần xả chất chuẩn từ burette

Timed Increment										
Choose the period for wait time up to the next dose dispensing.										
<table border="1"> <tbody> <tr><td>0.5 seconds</td></tr> <tr><td>1 second</td></tr> <tr><td>2 seconds</td></tr> <tr><td>3 seconds</td></tr> <tr><td>4 seconds</td></tr> <tr><td>5 seconds</td></tr> </tbody> </table>					0.5 seconds	1 second	2 seconds	3 seconds	4 seconds	5 seconds
0.5 seconds										
1 second										
2 seconds										
3 seconds										
4 seconds										
5 seconds										
Select	Escape									

4.5.13.6. END POINT VALUE (GIÁ TRỊ ĐIỂM CUỐI)

Tùy chọn: 5.0 đến 600.0 mV

Sử dụng bàn phím số để nhập giá trị mV mà tại đó chuẩn độ đạt đến điểm tương đương (điểm cuối).

Giá trị này cũng được sử dụng để xác định thể tích thêm vào trước chuẩn độ (pre-titration).

End Point Value					
Enter the potential value representing the end point of the titration.					
<table border="1"> <tbody> <tr><td>180.0 mV</td></tr> </tbody> </table>					180.0 mV
180.0 mV					
Low Limit: 5.0 mV High Limit: 600.0 mV					
Accept	Escape	Delete Digit			

4.5.13.7. SIGNAL AVERAGING (GIÁ TRỊ TRUNG BÌNH)

Tùy chọn: 1 đến 10 kết quả

Máy chuẩn độ sẽ lấy lần đọc cuối cùng và đặt nó vào "moving window" với các lần đọc 2, 3,... (tùy thuộc vào tùy chọn đã chọn). Trung bình của các lần đọc này được hiển thị và sử dụng để tính toán. Tính trung bình nhiều lần đo giúp kết quả chính xác hơn khi tín hiệu từ điện cực bị nhiễu.

Nếu kết quả được đọc một lần, tùy chọn này sẽ bị tắt.

Signal Averaging														
Select the number of readings to be averaged.														
<table border="1"> <tr><td>1 Reading</td></tr> <tr><td>2 Readings</td></tr> <tr><td>3 Readings</td></tr> <tr><td>4 Readings</td></tr> <tr><td>5 Readings</td></tr> <tr><td>6 Readings</td></tr> <tr><td>7 Readings</td></tr> <tr><td>8 Readings</td></tr> <tr><td>9 Readings</td></tr> <tr><td>10 Readings</td></tr> </table>					1 Reading	2 Readings	3 Readings	4 Readings	5 Readings	6 Readings	7 Readings	8 Readings	9 Readings	10 Readings
1 Reading														
2 Readings														
3 Readings														
4 Readings														
5 Readings														
6 Readings														
7 Readings														
8 Readings														
9 Readings														
10 Readings														
Select	Escape													

4.5.13.8. FLOW RATE (TỐC ĐỘ DÒNG)

Tùy chọn: 0.3 to 10.0 mL/min (burette 5 mL)

Flow Rate						
Enter the titrant flow rate.						
<table border="1"> <tr> <td style="width: 100px;">5.0</td> <td>mL/min</td> </tr> </table>					5.0	mL/min
5.0	mL/min					
Low Limit: 0.3 mL/min High Limit: 10.0 mL/min						
Accept	Escape	Delete Digit				

Lưu ý: Máy chuẩn độ sẽ tự động phát hiện thể tích burette và hiển thị thể tích cho giới hạn trên một cách chính xác.

Tốc độ dòng được đặt cho tất cả các hoạt động của burette.

4.5.14. TERMINATION PARAMETERS (THÔNG SỐ KẾT THÚC CHUẨN ĐỘ)

Màn hình này cho phép người dùng cài đặt kiểm soát thông số liên quan đến quá trình kết thúc phép chuẩn độ.

Termination Parameters												
Select the option to be modified.												
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>Maximum Duration:</td> <td>1200 sec</td> </tr> <tr> <td>Maximum Titrant Volume:</td> <td>10.000 mL</td> </tr> <tr> <td>Termination Criterion:</td> <td>Relative Drift</td> </tr> <tr> <td>Relative Drift:</td> <td>7.0 µg/min</td> </tr> </tbody> </table>					Maximum Duration:	1200 sec	Maximum Titrant Volume:	10.000 mL	Termination Criterion:	Relative Drift	Relative Drift:	7.0 µg/min
Maximum Duration:	1200 sec											
Maximum Titrant Volume:	10.000 mL											
Termination Criterion:	Relative Drift											
Relative Drift:	7.0 µg/min											
Select	Escape											

4.5.14.1. MAXIMUM DURATION (THỜI GIAN CHUẨN ĐỘ TỐI ĐA)

Tùy chọn: 10 đến 3600 giây

Nếu không đạt được điểm kết thúc chuẩn độ, phép chuẩn độ sẽ kết thúc sau thời gian tối đa đã đặt. Thông báo lỗi "Value Out of Range" sẽ xuất hiện trên màn hình.

Maximum Duration						
Enter the time period after the titration is automatically stopped.						
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>1200</td> <td>seconds</td> </tr> </tbody> </table>					1200	seconds
1200	seconds					
Low Limit: 10 seconds High Limit: 3600 seconds						
Accept	Escape	Delete Digit				

4.5.14.2. MAXIMUM TITRANT VOLUME (THỂ TÍCH CHUẨN ĐỘ TỐI ĐA)

Tùy chọn: 0.100 đến 50.000 mL

Thể tích chuẩn độ tối đa được sử dụng phải được cài đặt theo kết quả phân tích. Nếu không đạt được điểm cuối chuẩn độ, phép chuẩn độ sẽ được chấm dứt sau khi thể tích chuẩn độ tối đa được thêm vào mẫu. Thông báo lỗi ("Limits Exceeded") sẽ xuất hiện trên màn hình.

Maximum Titrant Volume				
Enter the maximum titrant volume to be dispensed.				
10.0000 mL				
Low Limit: 0.100 mL High Limit: 50.000 mL				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.14.3. TERMINATION CRITERION (TIÊU CHÍ KẾT THÚC CHUẨN ĐỘ)

Tùy chọn: mV End Point, Absolute Drift hoặc Relative Drift

Termination Criterion							
Select titration termination criterion.							
<table border="1"> <tbody> <tr> <td>mV End Point</td> </tr> <tr> <td>Absolute Drift</td> </tr> <tr> <td>Relative Drift</td> </tr> </tbody> </table>					mV End Point	Absolute Drift	Relative Drift
mV End Point							
Absolute Drift							
Relative Drift							
Select	Escape						

mV End Point: Chuẩn độ kết thúc khi điện thế vẫn nằm dưới giá trị điểm cuối được đặt trong một khoảng thời gian xác định.

Absolute Drift: Chuẩn độ kết thúc khi giá trị drift thực tế nhỏ hơn giá trị drift tuyệt đối được xác định trước.

Relative Drift: Chuẩn độ kết thúc khi giá trị drift thực tế nhỏ hơn tổng giữa giá trị drift ban đầu và giá trị drift tương đối được xác định trước.

4.5.14.4. END POINT STABILITY TIME (THỜI GIAN ỔN ĐỊNH ĐIỂM CUỐI)

Tùy chọn: 1 đến 30 giây

Điện thế phải được duy trì dưới giá trị điểm cuối đã cài đặt trong một khoảng thời gian cụ thể.

End Point Stability Time				
Enter the time period necessary to validate the titration end point.				
4 seconds				
Low Limit: 1 seconds High Limit: 30 seconds				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.14.5. ABSOLUTE DRIFT (GIÁ TRỊ DRIFT RATE TUYỆT ĐỐI)

Tùy chọn: 0.0 đến 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$

Absolute Drift				
Enter the drift value to be used by the termination criterion.				
15.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.14.6. RELATIVE DRIFT (GIÁ TRỊ DRIFT RATE TƯƠNG ĐỐI)

Tùy chọn: 0.0 đến 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$

Relative Drift				
Enter the drift value to be used by the termination criterion.				
15.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Low Limit: 0.0 $\mu\text{g}/\text{min}$ High Limit: 40.0 $\mu\text{g}/\text{min}$				
Accept	Escape	Delete Digit		

4.5.15. RESULT UNIT (ĐƠN VỊ)

Tùy chọn: %, ppm, mg/g, µg/g, mg, µg, mg/mL hoặc µg/mL

Result Unit

Select the unit for your results.

%
ppm
mg/g
µg/g
mg
µg
mg/mL
µg/mL

Select	Escape		
--------	--------	--	--

4.5.16. SIGNIFICANT FIGURES (CHỮ SỐ CÓ NGHĨA)

Tùy chọn: Two (XX), Three (XXX), Four (XXXX) hoặc Five (XXXXX)

Tùy chọn này cho phép thiết lập định dạng hiển thị cho kết quả chuẩn độ cuối cùng.

Significant Figures

Choose the format for your result.

XX
XXX
XXXX
XXXXX

Select	Escape		
--------	--------	--	--

4.6. MÁY IN

Để in thông số phương pháp, nhấn Method Options từ màn hình chính.


Nhấn Print Method và đợi vài giây cho đến khi máy in hoàn thành.

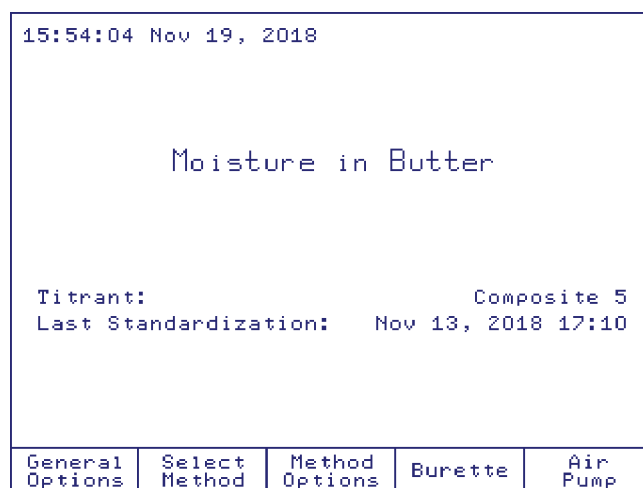
Nếu không có máy in nào được kết nối với ổ cắm chuyên dụng hoặc nếu máy in ngoại tuyến, thông báo lỗi sẽ xuất hiện trên màn hình (xem phần [Connecting a Printer](#), để biết chi tiết về cách kết nối máy in với máy chuẩn độ).

5. CHẾ ĐỘ CHUẨN ĐỘ

5.1. IDLE MODE

Đầu tiên máy chuẩn độ chuyển sang chế độ Idle mode khi máy được bật. Tất cả các tính năng và cài đặt phần mềm của **HI933** có thể được truy cập từ chế độ này. Bao gồm tất cả các thông số phương pháp có thể điều chỉnh bởi người dùng, hệ thống xử lý dung môi, truyền tệp, kiểm tra hiệu chuẩn, nâng cấp phần mềm, tùy chọn giao diện với PC và phụ kiện cũng như tùy chọn burette.

Để truy cập menu chuẩn độ (Màn hình Process) nhấn .



Chuẩn độ (Sample Analysis hoặc Titrant Standardization) được thực hiện với phương pháp đã chọn.

Đảm bảo rằng phương pháp đã chọn được tùy chỉnh phù hợp với các chi tiết cụ thể của ứng dụng.

Trước khi thực hiện chuẩn độ, hãy đảm bảo rằng các điều kiện sau được đáp ứng:

- Tất cả các hệ thống kèm theo (ví dụ: hệ thống dung môi) được lắp ráp đúng cách.
- Lượng dung môi phù hợp có trong cốc (giữa các vạch tối thiểu và tối đa) để có độ lặp tốt nhất.

Các giai đoạn trung gian sau được thực hiện tự động trước khi bắt đầu chuẩn độ:

- **Solvent pre-titration (Dung môi của quá trình trước chuẩn độ).**
- **Drift analysis** (khi chọn **Automatic Determination Entry**)

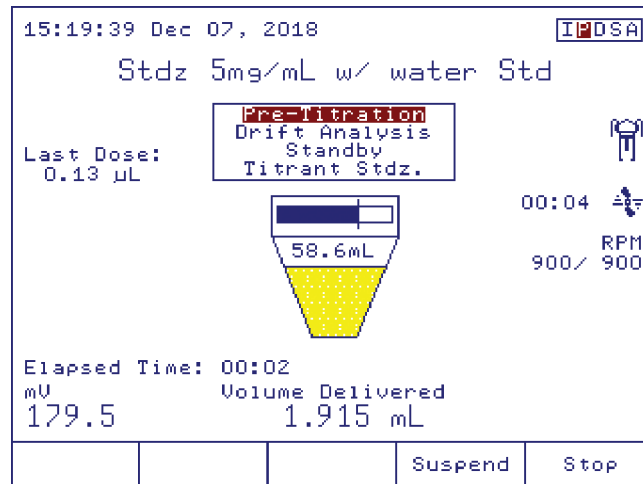
Khi quá trình phân tích giá trị drift kết thúc, máy chuẩn độ chuyển sang chế độ chờ **Standby**. Lúc này, có thể bắt đầu chuẩn độ.

5.2. PRE-TITRATION (CHUẨN ĐỘ TRƯỚC)

Trong quá trình này, nước dư trên bề mặt bên trong của bình chuẩn độ, nước có trong không khí bị cuốn vào và một lượng nhỏ nước từ dung môi được loại bỏ.

The **HI933** phản ứng với nước dư bằng cách thêm chất chuẩn độ cho đến khi đạt được điện thế điểm cuối cụ thể. Cài đặt này được liên kết với phương pháp đã chọn. Sau khi thế điện cực đã ổn định, thiết bị chuẩn độ chuyển sang giai đoạn Drift Analysis.

Khi bắt đầu Pre-titration, máy khuấy sẽ tự động được bật và người dùng không thể thay đổi phương pháp đã chọn hoặc truy cập các thông số của phương pháp.

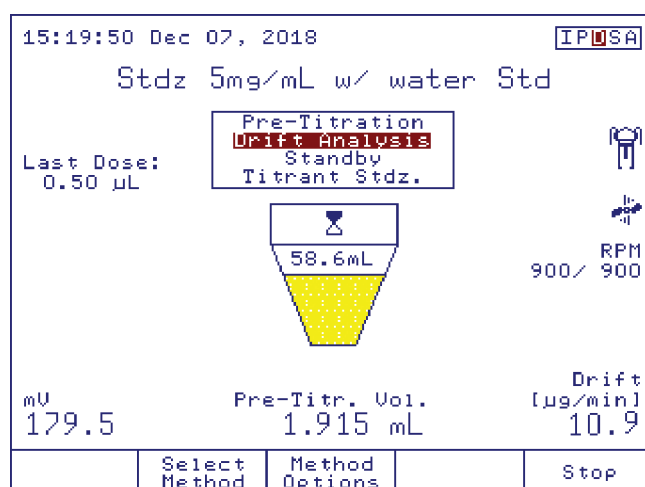


Lưu ý Nếu quá trình này kéo dài hơn 30 phút, máy chuẩn độ sẽ chuyển sang chế độ Idle mode. Có thể đã xảy ra lỗi trong hệ thống chuẩn độ (bình không được đậy kín đúng cách, chất chuẩn độ sai hoặc thiếu, điện cực không được kết nối hoặc kém, v.v.). Kiểm tra hệ thống và bắt đầu lại quá trình Pre-titration.

5.3. DRIFT ANALYSIS (KHI CHỌN AUTOMATIC DETERMINATION ENTRY)

Ở chế độ này, **HI933** tiến hành phân tích trong một phút để xác định lượng hơi ẩm rò rỉ vào bình chuẩn độ từ khí quyển. Mặc dù bình chuẩn độ được đậy kín, nước vẫn sẽ thấm vào bên trong. Lượng nước di chuyển vào bình trên một đơn vị thời gian được gọi là Background drift rate hoặc Drift rate. Drift rate được xác định bằng cách theo dõi số lượng liều rất nhỏ, liên tiếp của chất chuẩn độ cần thiết để duy trì độ "khô" của dung môi trong thời gian một phút. Tốc độ nước rò rỉ vào bình sau đó được **HI933** tính toán và đưa ra bằng đơn vị µg/phút.

HI933 sẽ tự động trừ giá trị Drift rate khỏi kết quả chuẩn độ. Điều này rất quan trọng đối với độ chính xác của các mẫu có hàm lượng nước thấp, trong đó lượng nước bị rò rỉ vào bình chuẩn độ là một phần đáng kể của tổng lượng nước được chuẩn độ trong quá trình phân tích.



Khi định máy chuẩn độ chuyển sang chế độ chờ **Standby**. Trong quá trình phân tích giá trị Drift rate, nếu hệ thống không thể duy trì độ khô của bình chuẩn độ, máy chuẩn độ sẽ quay lại quá trình Pre-titration.

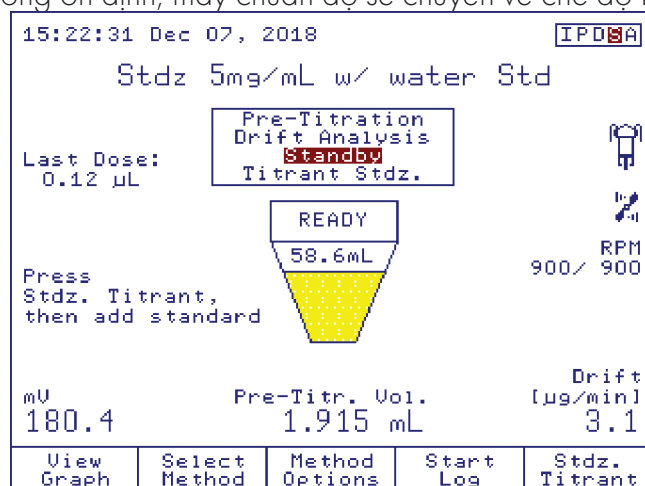
Lưu ý: Nếu nhập giá trị Drift rate được cài đặt là Manual Entry, quá trình phân tích giá trị Drift rate sẽ bị bỏ qua.

5.4. STANDBY (CHẾ ĐỘ CHỜ)

Sau khi giá trị Drift rate đã được xác định, **HI933** chuyển sang chế độ Chờ Standby. Ở chế độ này độ khô của bình chuẩn độ được duy trì, liên tục được theo dõi và cập nhật.

Từ chế độ Chờ Standby có thể bắt đầu phân tích mẫu, chuẩn hóa chất chuẩn hoặc ghi giá trị Drift rate cũng như lựa chọn phương pháp, tùy chỉnh các thông số phương pháp và các tùy chọn chung (chỉ với bàn phím ngoài, bằng cách nhấn <<Home>>).

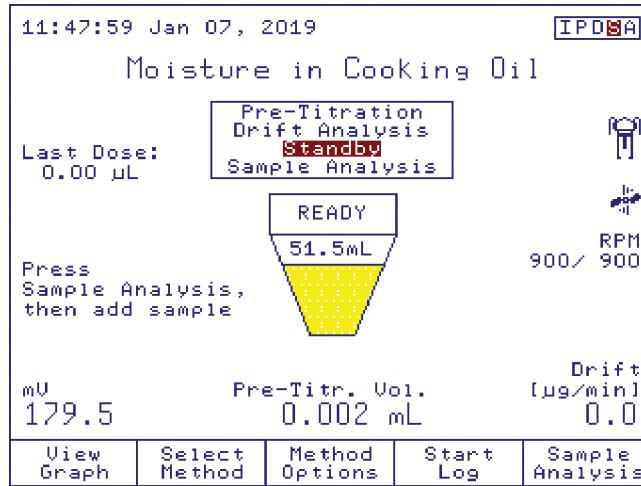
Sau khi hoàn thành các thiết lập ban đầu và trước khi chuẩn độ hoặc chuẩn hóa lần đầu tiên, giá trị Drift rate phải được để yên ở chế độ Chờ Standby trong 45 phút. Điều này đảm bảo rằng giá trị Drift rate ổn định và phản ánh tốc độ thực tế mà hơi nước đi vào trong bình chuẩn độ. Sự ổn định có thể được xác định bằng cách kiểm tra giá trị Drift rate so với đường cong thời gian (truy cập từ chế độ Chờ Standby). Trong thời gian này, nếu giá trị Drift rate trở nên không ổn định, máy chuẩn độ sẽ chuyển về chế độ Drift Analysis.



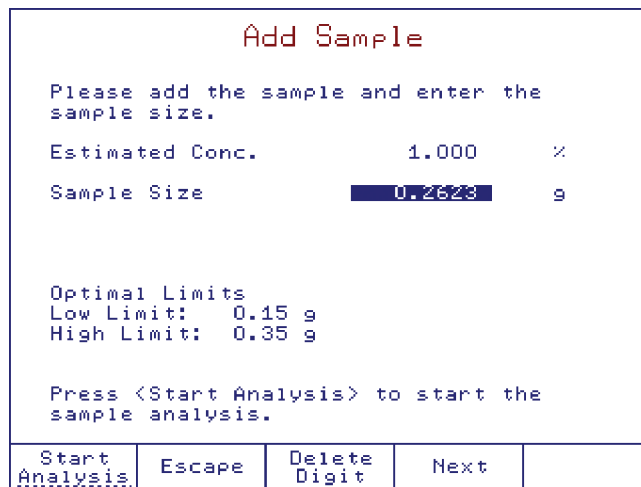
5.5. SAMPLE ANALYSIS (PHÂN TÍCH MẪU)

Trong chế độ Chờ **Standby**, nhấn Sample Analysis.

Lưu ý: Nếu giá trị Drift rate bằng 0, một thông báo cảnh báo xuất hiện để thông báo cho người dùng rằng có thuốc thử bên trong hệ thống.



Người dùng có thể chọn tiếp tục chuẩn độ bằng cách nhấn Continue hoặc quay lại chế độ Chờ Standby bằng cách nhấn Escape để đợi cho đến khi giá trị Drift rate được ổn định ở giá trị cao hơn.



Nếu cần, hãy cập nhật nồng độ ước tính. Giá trị này được sử dụng để xác định thể tích trước chuẩn độ. Các giới hạn tối ưu sẽ được cập nhật dựa trên giá trị này.

Thực hiện theo các bước dưới đây để thêm mẫu vào bình chuẩn độ và xác định kích thước mẫu.

5.5.1. SAMPLE SIZE (KÍCH THƯỚC MẪU)

5.5.1.1. MANUAL ENTRY (NHẬP THỦ CÔNG)

5.5.1.1.1. SAMPLE SIZE BY MASS (KÍCH THƯỚC MẪU THEO KHỐI LƯỢNG)

- 1) Cân khối lượng của mẫu trong thuyền cân hoặc ống tiêm.
- 2) Tháo phích cắm mẫu khỏi bình chuẩn độ hoặc đưa kim tiêm qua vách ngăn.
- 3) Nhanh chóng thêm mẫu qua cổng hoặc qua vách ngăn. Chú ý không để mẫu dính trên điện cực hoặc thành bình.

- 4) Độ phích cắm mẫu hoặc rút ống tiêm ra khỏi vách ngăn.
- 5) Xác định khối lượng của thuyền cân hoặc ống tiêm rỗng.
- 6) Tính khối lượng của mẫu được thêm vào (lấy khối lượng của thuyền cân chứa mẫu trừ khối lượng của thuyền cân hoặc ống tiêm rỗng).
- 7) Nhập khối lượng tính toán của mẫu.

5.5.1.1.2. SAMPLE SIZE BY VOLUME (KÍCH THƯỚC MẪU THEO THỂ TÍCH)

- 1) Gắn một kim dài (khoảng 6 cm để kiểm soát tốt nhất) vào một ống tiêm thể tích chính xác đủ lớn để chứa ít nhất một thể tích mẫu hoàn chỉnh.
- 2) Rửa sạch ống tiêm và kim tiêm với mẫu nhiều lần bằng cách rút từng phần nhỏ mẫu, kéo dài hết pít tông, lắc để phủ đều mẫu bên trong ống tiêm và đẩy mẫu vào thùng thu gom chất thải.
- 3) Hút đủ mẫu vào ống tiêm cho ít nhất một lần chuẩn độ.
- 4) Lau khô bên ngoài kim bằng khăn hoặc khăn giấy không xơ.
- 5) Đưa kim qua vách ngăn trong cổng thêm mẫu. Đẩy ống tiêm qua vách ngăn cho đến khi đầu kim cách bề mặt dung môi khoảng 1 cm.
- 6) Xả đều đặn thể tích mẫu thích hợp để đảm bảo rằng mẫu được đưa trực tiếp vào dung môi và không bắn tung tóe lên thành bình chuẩn độ, điện cực hoặc đầu ống xả.
- 7) Hút một lượng nhỏ không khí từ bên trong bình vào ống tiêm để đảm bảo rằng không có giọt mẫu nào còn sót lại trên đầu kim.
- 8) Cẩn thận rút ống tiêm và kim ra khỏi vách ngăn để kim không chạm vào dung môi hoặc các thành phần khác bên trong bình chuẩn độ.
- 9) Nhập thể tích của mẫu.

5.5.1.1.3. SAMPLE SIZE BY PIECES (KÍCH THƯỚC MẪU THEO SỐ MẢNH)

- 1) Tháo phích cắm mẫu ra khỏi miệng cốc để mở cổng thêm mẫu.
- 2) Dùng tay có đeo găng tay, nhíp hoặc thuyền cân để thêm số lượng mảnh thích hợp vào cốc chuẩn độ.
- 3) Độ phích cắm mẫu lại.
- 4) Nhập số lượng mảnh đã được thêm vào cốc chuẩn độ.

5.5.1.2. AUTOMATIC MASS ACQUISITION FROM ANALYTICAL (LẤY KHỐI LƯỢNG MẪU TỰ ĐỘNG) (ĐỐI VỚI KÍCH THƯỚC MẪU THEO KHỐI LƯỢNG)

Có thể tự động lấy khối lượng mẫu từ cân khi kết nối với máy bằng giao diện RS232.

Sample Weighing				
Balance: Default				
Initial Weight: 0.2302 g				
Final Weight: -----				
Put weighing boat on the balance.				
Press <Accept> to update weight.				
ACCEPT	Escape		Balance Setup	

5.5.2. QUY TRÌNH

- 1) Đặt ống tiêm hoặc thuyền cân có chứa mẫu lên cân.
- 2) Chờ cho đến khi kết quả đọc ổn định và nhấn .
- 3) Thêm mẫu vào cốc chuẩn độ.
- 4) Đặt ống tiêm hoặc thuyền cân rỗng lên cân.

Sample Weighing				
Balance: Default				
Initial Weight: 0.2302 g				
Final Weight: 0.0157 g				
Put empty weighing boat on the balance.				
Press <Accept> to update weight.				
Accept	Escape		Balance Setup	

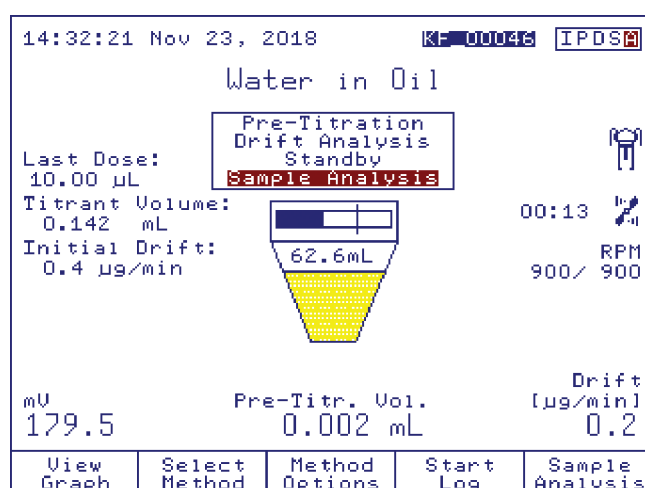
- 5) Đợi kết quả đọc ổn định và nhấn .
- Máy chuẩn độ quay lại màn hình trước đó và khối lượng mẫu được cập nhật.

Add Sample				
Please add the sample and enter the sample size.				
Estimated Conc. 1.000 %				
Sample Size <u>0.2145</u> g				
Optimal Limits				
Low Limit: 0.15 g				
High Limit: 0.35 g				
Press <Start Analysis> to start the sample analysis.				
Start Analysis	Escape	Delete Digit	Next	

Nhấn để bắt đầu phân tích.

Lưu ý: Người sử dụng phải đảm bảo rằng cân và máy chuẩn độ có cấu hình đúng và tính năng cân được bật (xem **Setup Balance Interface**)

5.5.3. SAMPLE ANALYSIS (PHÂN TÍCH MẪU)



Nhấn để dừng chuẩn độ thủ công và quay lại chế độ Idle mode.

Nhấn để dừng chuẩn độ và quay lại chế độ Chờ Standby mode..

5.5.4. SUSPEND TITRATION (TẠM DỪNG CHUẨN ĐỘ)

Trong quá trình chuẩn độ, có thể dừng tạm thời bằng cách nhấn . Burette sẽ dừng phân phối chất chuẩn độ.

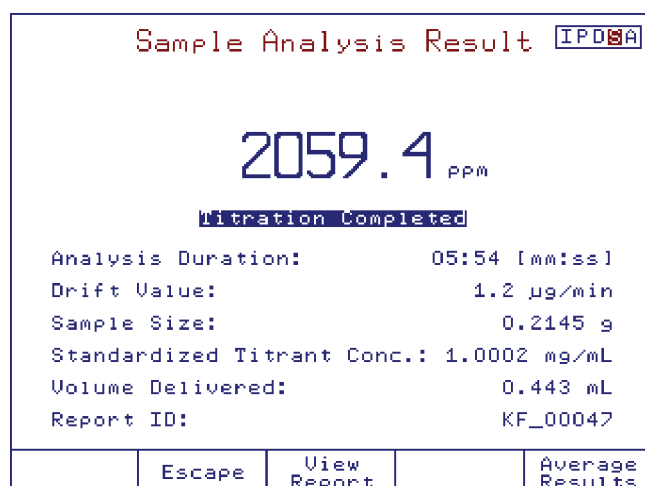
Để tiếp tục chuẩn độ, nhấn .

5.5.5. VIEWING THE TITRATION CURVE (XEM ĐƯỜNG CONG CHUẨN ĐỘ)

Trong quá trình chuẩn độ, đường cong chuẩn độ có thể được hiển thị trên màn hình **Titration Graph**, bằng cách nhấn . ID báo cáo chuẩn độ cũng được hiển thị bên trong cửa sổ đồ thị.

5.5.6. KẾT QUẢ

Khi đạt đến điểm cuối thì chuẩn độ kết thúc và màn hình hiển thị như bên dưới:



Màn hình hiển thị thông tin chuẩn độ (thời gian, giá trị Drift rate, kích thước mẫu, nồng độ chất chuẩn, thể tích chất chuẩn, ID báo cáo).

Nhấn để xem báo cáo chuẩn độ.

Review Result				
KF_00046.RPT				
HI933 - Titration Report				
Method Name:	Water in Oil			
Time & Date:	14:32 Nov 23, 2018			
Titration ID:	KF_00046			
Nr	Volume[ml]	mV	Time	
0	0.0000	562.1	00:00:00	
1	0.0000	562.1	00:00:01	
2	0.0010	562.0	00:00:03	
3	0.0030	559.9	00:00:05	
4	0.0070	554.5	00:00:08	
5	0.0150	549.9	00:00:10	
View Graph	ESCAPE	Print Report	Page Up	Page Down

Nhấn để xem đồ thị chuẩn độ.

Nhấn để in báo cáo.

5.5.7. SAMPLE ANALYSIS HISTORY (LỊCH SỬ PHÂN TÍCH MẪU)

Nhấn , kết quả sẽ được thêm vào lịch sử phân tích mẫu để lấy kết quả chuẩn độ trung bình.

Sử dụng phím và để xem danh sách kết quả.

Nhấn để chọn các mẫu sẽ được sử dụng để lấy giá trị chuẩn độ trung bình.

Sample Analysis History	
Date/Time	Sample Conc.[ppm]
* Nov 23, 2018 14:32	2149.2
* Nov 23, 2018 14:50	2159.3
* Nov 23, 2018 14:05	2132.3
Standardized Titrant Conc.: 1.0002 mg/mL	
Sample Size: 0.2145 g	
Average Sample Conc.: 2146.9 ppm	
Standard Deviation: 13.6675 ppm	
Unselect	Escape
	Delete

Lưu ý: Khi không có kết quả nào được chọn, dấu gạch ngang sẽ xuất hiện trong mục Average Sample Concentration (Nồng độ Mẫu Trung bình) và Standard Deviation (Độ lệch Chuẩn).

5.6. TITRANT STANDARDIZATION (CHUẨN HÓA CHẤT CHUẨN)

Trong chế độ Chờ Standby, nhấn 

11:14:19 Dec 10, 2018		IPDRA	
Stdz 2mg/mL w/ water Std			
Last Dose: 0.25 µL		Pre-Titration Drift Analysis Standby Titrant Stdz.	
Press Stdz. Titrant, then add standard		RPM 900/ 900	
mU 176.7		Pre-Titr. Vol. 0.034 mL	
View Graph		Drift [µg/min] 2.5	
Select Method		Method Options	
Start Log		Stdz. Titrant	

Lưu ý: Nếu giá trị Drift rate bằng 0, một thông báo cảnh báo xuất hiện để thông báo cho người dùng rằng có thuốc thử bên trong hệ thống.

5.6.1. ADD STANDARD (THÊM CHẤT CHUẨN)

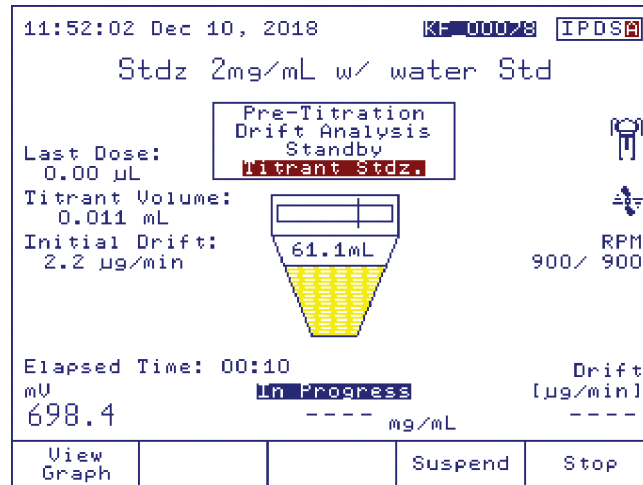
Người sử dụng phải thêm chất chuẩn vào bình chuẩn độ và nhập kích thước chất chuẩn. Các đơn vị của kích thước mẫu được xác định trong cài đặt phương pháp.

Add Standard			
Please add the standard and enter the standard size.			
Standard Size <input type="text" value="1.0000"/> g			
Optimal Limits Low Limit: 0.75 g High Limit: 1.75 g			
Press <Start Stdz.> to start the titrant standardization.			
Start Stdz.	Escape	Delete Digit	Balance

Làm theo quy trình tương tự như thêm mẫu phân tích (xem [Sample Analysis](#)).


5.6.2. START STANDARDIZATION (BẮT ĐẦU CHUẨN HÓA)

Nhấn  để bắt đầu quá trình chuẩn hóa.



Lưu ý: Trong quá trình chuẩn hóa người dùng có các tùy chọn giống như khi phân tích mẫu (xem [Sample Analysis](#)).

Nhấn  chất chuẩn được cập nhật với giá hiện tại.

Nhấn  người dùng có thể lấy trung bình nồng độ chất chuẩn độ bằng cách sử dụng nhiều kết quả hơn.



5.6.3. AVERAGING TITRANT STANDARDIZATION RESULTS (KẾT QUẢ CHUẨN HÓA TRUNG BÌNH)


Nhấn  kết quả sẽ được thêm vào lịch sử phân tích mẫu để lấy kết quả nồng độ chất chuẩn trung bình.

Titrant Standardization History	
Date/Time	Titer[mg/mL]
* Dec 10, 2018 12:40	2.2001
* Dec 10, 2018 12:46	2.2290
Standard Water Content: 0.9970 mg/g	
Standard Size: 2.9210 g	
Average Titer: 2.2145 mg/mL	
Standard Deviation: 0.0204 mg/mL	
Unselect	Escape
Update Titrant	Delete

Sử dụng phím  và  để xem danh sách kết quả nồng độ.

Sử dụng  để chọn nồng độ các mẫu sẽ để lấy giá trị trung bình

Nhấn  để cập nhật nồng độ với giá trị trung bình hiện tại.

Lưu ý: Khi không có kết quả nào được chọn, dấu gạch ngang sẽ xuất hiện trong mục Average titrant concentration (Nồng độ chất chuẩn trung bình) và Standard deviation (Độ lệch chuẩn). Phím  không khả dụng.

6. CHỨC NĂNG PHỤ


6.1. AIR PUMP (BƠM KHÔNG KHÍ)

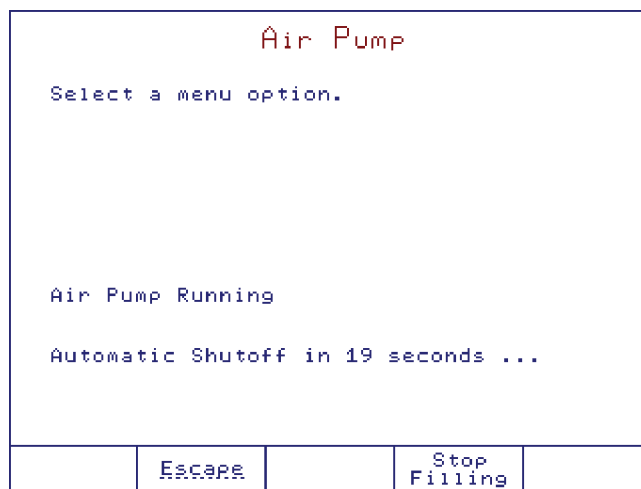
Air pump được sử dụng để thêm hoặc loại bỏ dung môi trong cốc chuẩn độ mà không tiếp xúc với độ ẩm khí quyển.




Để vào màn hình **Air Pump**, nhấn  từ Chế độ Idle.

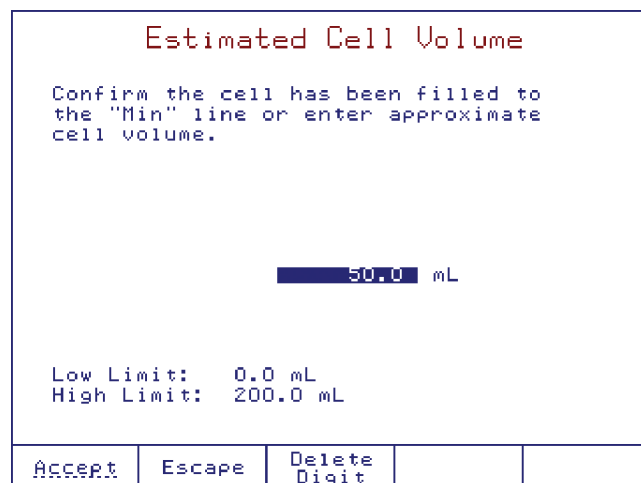
6.1.1. FILLING THE BEAKER (LÀM ĐẦY BÌNH CHUẨN ĐỘ)

Để thêm dung môi vào bình chuẩn độ

- 1) Nhấn  từ màn hình **Air Pump**, máy bơm không khí sẽ khởi động và dung môi sẽ được thêm vào bình. Nếu dung môi không chảy hoặc chảy chậm, hãy kiểm tra các cụm lắp ráp ở đầu chai xem có được lắp đúng cách, được đậy kín và ống xử lý chất lỏng chạm tới đáy chai dung môi.



- 2) Khi mức dung môi bên trong bình chuẩn độ đạt đến vạch "Min", nhấn  để tắt Air Pump. Nếu nhấn  không được, Air Pump sẽ tự động tắt sau 20 giây.
- 3) **HI933** sẽ nhắc người dùng kiểm tra rằng bình chuẩn độ đã được châm đầy đến vạch "Min" (khoảng 50 mL). Nhấn  để quay lại Chế độ Idle.



6.1.2. EMPTYING THE BEAKER (LÀM RỎNG BÌNH CHUẨN ĐỘ)

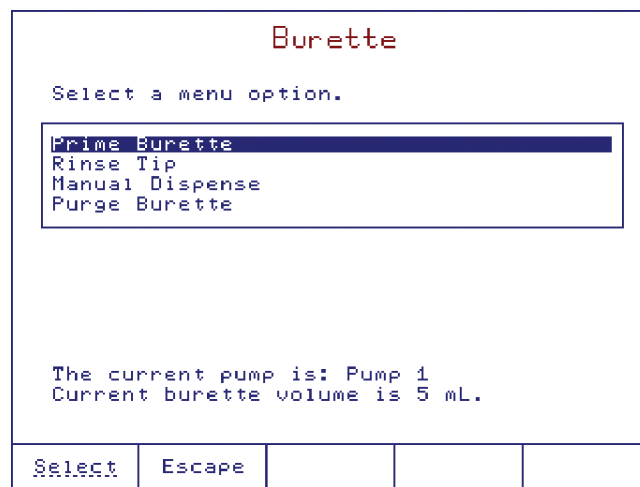
Để loại bỏ chất thải khỏi bình chuẩn độ:

- 1) Nới lỏng khớp nối một chút và trượt ống thải xuống cho đến khi chạm đến đáy cốc
- 2) Từ màn hình **Air Pump**, nhấn **Start Emptying** và cho phép bơm không khí chạy cho đến khi tất cả chất thải đã được loại bỏ.
- 3) Nhấn **Stop Emptying** để tắt Air Pump. Nếu nhấn **Stop Emptying** không được Air Pump sẽ tự động tắt sau 60 giây.
- 4) Đưa ống thải trở lại vị trí ban đầu và vặn chặt lại.

6.2. BURETTE

Để truy cập màn hình **Burette**, nhấn **Burette** từ Chế độ Idle.

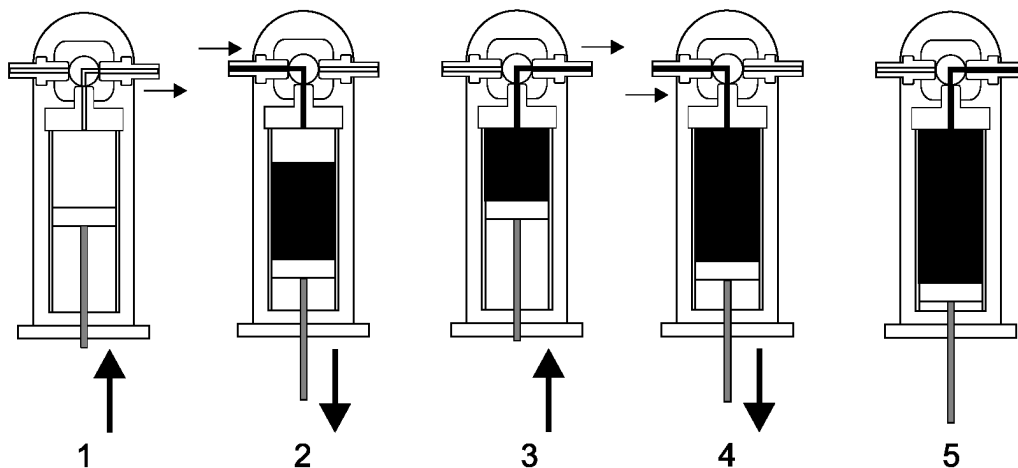
Chọn chức năng mong muốn và nhấn **Select**



Lưu ý: Không thực hiện các chức năng của burette khi dung môi dưới vạch "Min" vì có thể phun chất chuẩn độ lên đỉnh bình chuẩn độ hoặc các thành phần khác.

6.2.1. PRIME BURETTE (BƠM MỒI BURETTE)

Sau khi đã thêm dung môi vào bình chuẩn độ, có thể bơm mồi burette bằng chất chuẩn độ. Quá trình bơm mồi bao gồm một số lần nạp và làm rỗng burette bằng chất chuẩn độ. Nó đảm bảo rằng không khí, nước, hơi nước trong burette hoặc trong ống được loại bỏ. Hai chu kỳ tráng của burette được thể hiện trong hình dưới đây. Ống xả được nối ở phía bên phải và ống hút ở phía bên trái.



Lưu ý: Trước khi bắt đầu thao tác này, ống hút phải được đưa vào chai chứa chất chuẩn độ. Để bơm mỗi burette, chọn *Prime Burette* từ màn hình **Burette**. Nhập vào số lần tráng burette và nhấn . Số lần tráng burette có thể được cài đặt từ 1 đến 5 (tráng ít nhất ba lần để đảm bảo rằng các bọt khí được loại bỏ hoàn toàn).

Total Burette Rinses				
Enter the total number of burette rinses.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px 10px;">3</div>				
A minimum of three rinses is recommended.				
Accept	Escape	Delete Digit		

6.2.2. RINGSING TIP (RỬA ĐẦU ỐNG XẢ)

Một liều chất chuẩn độ 0.25 mL sẽ được xả ra từ burette khi người dùng chọn "Rinsing Tip". Thao tác này sẽ loại bỏ bất kỳ sự nhiễm bẩn nào từ đầu ống xả chất chuẩn độ.

6.2.3. MANUAL DISPENSE (PHÂN PHỐI THỦ CÔNG)

Tùy chọn: 0.000125 đến 4.750 mL (Burette 5 mL)

Tính năng này cho phép định lượng một thể tích chất chuẩn độ xác định. Chọn tùy chọn *Manual Dispense* và nhấn . Màn hình **Manual Volume Dispense** sẽ hoạt động và sẽ nhắc người dùng nhập thể tích phân phối hóa chất mong muốn.

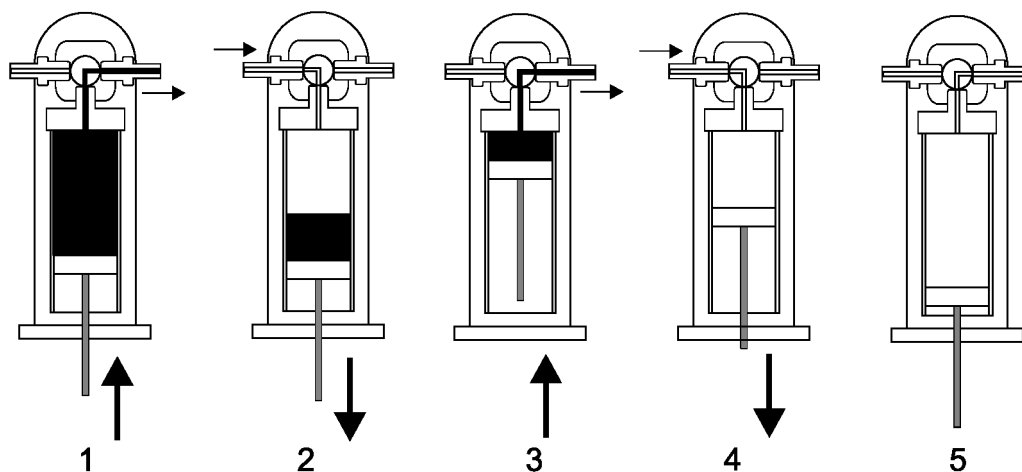
Manual Volume Dispense				
Enter the volume to be dispensed.				
<div style="border: 1px solid black; display: inline-block; padding: 2px 10px;">1.000 mL</div>				
Current burette volume is 5 mL.				
Accept	Escape	Delete Digit		

6.2.4. PURGING BURETTE (LỌC BURETTE)

Tùy chọn này cho phép làm trống buret trước khi làm sạch và/hoặc bảo quản

Lưu ý: trước khi bắt đầu thao tác này, hãy lấy ống hút ra khỏi chai chứa chất chuẩn độ.

Các bước làm sạch burette:



6.3. STIRRER (HỆ THỐNG MÁY KHUẤY)

Lưu ý: Khi máy khuấy được chọn (xem **General Options**), các tùy chọn liên quan đến máy khuấy sẽ không khả dụng.

Ở Chế độ Idle máy khuấy có thể được bật hoặc tắt bằng cách nhấn **stir**.

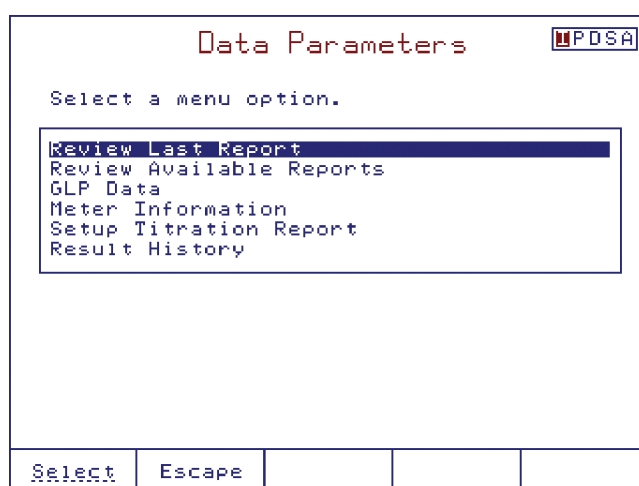
Trong quá trình chuẩn độ, tốc độ khuấy có thể điều chỉnh thủ công bằng cách nhấn phím **▲** và **▼**.

Lưu ý: Không thể tắt máy khuấy trong quá trình chuẩn độ.

6.4. KẾT QUẢ

Để truy cập màn hình **Data Parameters**, nhấn **results**.

Từ màn hình **Data Parameters** có thể truy cập vào các tùy chọn bên dưới.



6.4.1. REVIEWING LAST REPORT (XEM BÁO CÁO CHUẨN ĐỘ CUỐI CÙNG)

Người dùng có thể xem báo cáo chuẩn độ cuối cùng.

Review Result				
KF_00046.RPT				
HI933 - Titration Report				
Method Name:	Water in Oil			
Time & Date:	14:32 Nov 23, 2018			
Titration ID:	KF_00046			
Nr	Volume[ml]	mU	Time	
0	0.0000	562.1	00:00:00	
1	0.0000	562.1	00:00:01	
2	0.0010	562.0	00:00:03	
3	0.0030	559.9	00:00:05	
4	0.0070	554.5	00:00:08	
5	0.0150	549.9	00:00:10	

View Graph	Escape	Print Report	Page Up	Page Down
------------	--------	--------------	---------	-----------

Các thông tin được hiển thị trong báo cáo dựa trên các mục đã chọn trong phần **Setup Titration Report**.

Các phím tùy chọn có sẵn:

View Graph	Xem đồ thị chuẩn độ
Print Report	In báo cáo chuẩn độ
Escape	Quay lại màn hình trước đó
Page Up	Di chuyển lên xuống giữa các trang
Page Down	

6.4.2. REVIEWING AVAILABLE REPORTS (XEM BÁO CÁO CHUẨN ĐỘ CÓ SẴN)

Máy chuẩn độ có thể lưu đến 100 báo cáo chuẩn độ. Để xem một báo cáo đã lưu chọn báo cáo và nhấn **View Report**.

Available Reports				
Highlight a report & press <View Report> to see the detailed data.				
Water in Oil	14:50	Nov 23, 2018	ID:KF_00046	
Titration Report	14:50	Nov 23, 2018	ID:KF_00046	
Water in Oil	14:32	Nov 23, 2018	ID:KF_00046	
Titration Report	14:32	Nov 23, 2018	ID:KF_00046	
Water in Oil	14:22	Nov 23, 2018	ID:KF_00045	
Titration Report	14:22	Nov 23, 2018	ID:KF_00045	
Water in Oil	11:13	Nov 23, 2018	ID:KF_00044	
Titration Report	11:13	Nov 23, 2018	ID:KF_00044	
Water in Oil	11:02	Nov 23, 2018	ID:KF_00043	
Titration Report	11:02	Nov 23, 2018	ID:KF_00043	
Drift Report	07:04	Nov 23, 2018	ID:DR_00042	
Hydranal Comp. 5 Stdz	16:29	Nov 21, 2018	ID:KF_00041	
Titration Report	16:29	Nov 21, 2018	ID:KF_00041	

View Graph	Escape	View Report	Print Report	Delete Report
------------	--------	-------------	--------------	---------------

Báo cáo chỉ chứa những thông tin đã được chọn trong phần **Setup Titration Report**

Các phím tùy chọn có sẵn

View Graph	Xem đồ thị chuẩn độ
View Report	Xem báo cáo đã chọn
Print Report	In báo cáo đã chọn
Delete Report	Xóa báo cáo đã chọn

Escape Quay lại màn hình trước đó

6.4.3. GLP DATA (DỮ LIỆU GLP)

Tùy chọn: 20 ký tự

GLP Data				
Select a menu option.				
<div style="border: 1px solid black; padding: 5px;"> Company Name: Operator Name: Electrode Name: Field 1: Field 2: Field 3: </div>				
Select	Escape			

Company Name: Cho phép tên công ty được ghi trong mỗi báo cáo.

Operator Name: Cho phép ghi lại tên người vận hành trong mỗi báo cáo.

Electrode Name: Cho phép ghi lại mã điện cực trong mỗi báo cáo.

Fields 1, 2, 3: Cho phép ghi lại bất kỳ thông tin bổ sung nào trong mỗi báo cáo.

Các mục phải được chọn từ phần **Setup Titration Report** (xem [Setup Titration Report](#)) để được hiển thị trong báo cáo chuẩn độ.

6.4.4. METTER INFORMATION (THÔNG TIN MÁY)

Hiển thị dữ liệu cấu hình của máy chuẩn độ.

Meter Information				
HI 933 Karl Fischer Volumetric Titrator				
SERIAL NUMBER				
Titrator Serial Number:	101290016102			
Analog Board Serial Number:	201290016102			
Pump Serial Number:	401280013101			
Stirrer Serial Number:	601260103101			
SOFTWARE VERSION				
Titrator Software Version:	v1.0			
Base Board Software Version:	v1.0			
Pump Software Version:	v1.0			
Stirrer Software Version:	v1.0			
RESOURCES VERSION				
String Resources Version:	v1.0			
Menu Resources Version:	v1.0			
Error Resources Version:	v1.0			
Help Resources Version:	v1.0			
Analog Calibration Date:	Oct 18, 2018			
	Escape	Print		

Titrator Serial Number: Số seri của máy chuẩn độ.

Analog Board Serial Number: Số seri của analog board.

Stirrer Serial Number: Số seri của máy khuấy.

Stirrer Software Version: Phiên bản phần mềm hiện tại của máy khuấy.

Titrator Software Version: Phiên bản phần mềm hiện tại của máy chuẩn độ

Base Board Software Version: Phiên bản phần mềm base board của máy chuẩn độ.

Analog Calibration Date: Ngày hiệu chuẩn của analog.

Resources Version: Phiên bản dữ liệu hiện tại.

Lưu ý: Nếu hơn 1 năm trôi qua kể từ ngày hiệu chuẩn analog board, thông báo **Analog Calibration Due** sẽ xuất hiện trên màn hình chính và phải thực hiện hiệu chuẩn lại.

6.4.5. SETTING UP TITRATION REPORT (CÀI ĐẶT BÁO CÁO CHUẨN ĐỘ)

Tùy chỉnh một báo cáo để ghi lại kết quả chuẩn độ. Dấu hoa thị có nghĩa là thông tin được đưa vào báo cáo chuẩn độ.

Select Thêm thông tin đã chọn vào trong báo cáo

Unselect Bỏ thông tin đã chọn ra khỏi báo cáo

Escape Quay lại **Data Parameter Screen**. Báo cáo không được cập nhật.

Save Report Cập nhật báo cáo với mục đã chọn. Báo cáo đã lưu trước đó sẽ không được cập nhật.

Page Up Page Down Di chuyển trang lên xuống.

6.4.6. RESULT HISTORY (LỊCH SỬ KẾT QUẢ)

Tùy chọn này cho phép người dùng truy cập vào lịch sử phân tích mẫu và kết quả chuẩn độ trung bình.

Sử dụng phím và để di chuyển lên xuống trong danh sách kết quả.

Sử dụng để chọn các mẫu lấy giá trị trung bình.

Lưu ý: Khi không có kết quả nào được chọn, dấu gạch ngang sẽ xuất hiện trong mục Average Sample Concentration (Nồng độ Mẫu Trung bình) và Standard Deviation (Độ lệch Chuẩn).

7. BẢO DƯỠNG VÀ THIẾT BỊ NGOẠI VI

7.1. BẢO DƯỠNG BURETTE

Burette 5 mL đi kèm với máy chuẩn độ (tiêu chuẩn ISO 8655) được điều khiển bằng động cơ pít tông giúp phân phối chính xác thể tích chất lỏng.

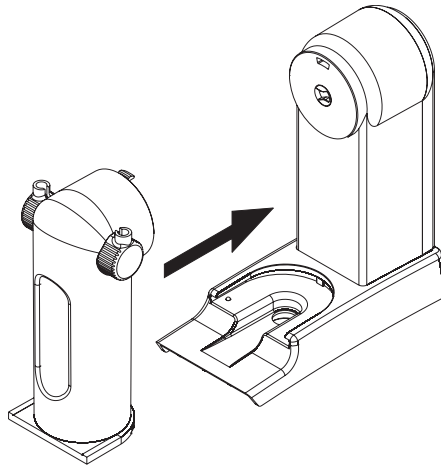
7.1.1. BURETTE

Burette bao gồm một vỏ cứng bên ngoài, bên trong là xy lanh thủy tinh, van 3 chiều và ống chuẩn độ. Burette được cung cấp với một xy lanh 5 mL và với tất cả các phụ kiện được gắn vào (xem phần [Setup](#)).

Lưu ý: Ống xả có 2 đầu. Một đầu được gắn với burette và đầu kia được đặt vào cốc xả.

7.1.1.1. THAY BURETTE

Tháo burette bằng cách trượt nó về phía trước và sau đó trượt burette mới vào ngay vị trí đó (xem hình bên dưới).

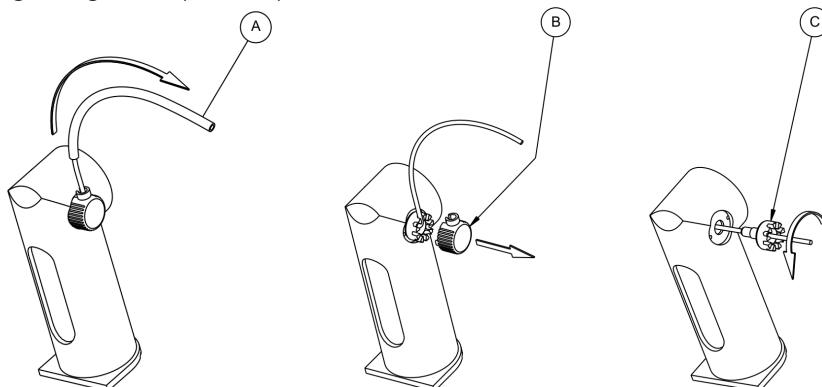


7.1.1.2. THÁO ỐNG HÚT VÀ ỐNG XẢ

Cả ống hút và ống xả đều có khớp nối và bộ phận bảo vệ ống. Ống hút sẽ được lắp ở phía bên trái và ống xả sẽ được lắp ở phía bên phải của burette.

Để tháo ống hút và ống xả, hãy làm theo các bước sau:

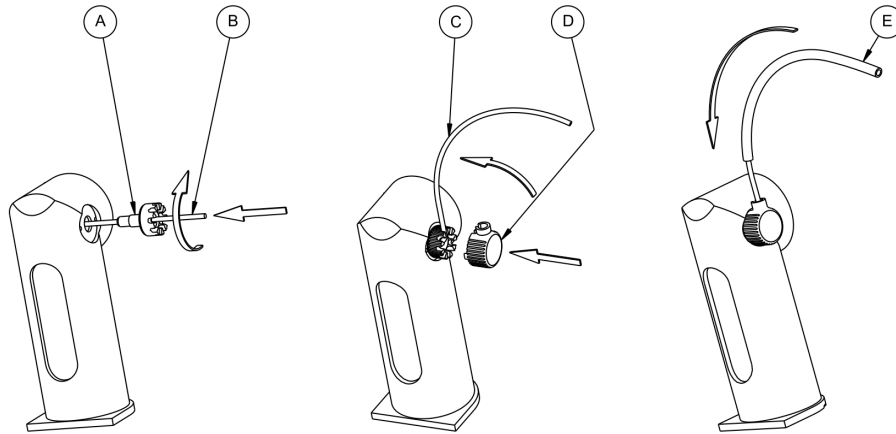
- Tháo bộ bảo vệ ống màu xanh lam (A) bằng cách trượt nó ra khỏi ống.
- Tháo khóa ống (B) khỏi giá đỡ burette.
- Xoay khớp nối (C) ngược kim đồng hồ để tháo nó ra khỏi giá đỡ burette
- Trượt ống trong suốt qua khớp nối



7.1.1.3. GẮN ỐNG HÚT VÀ ỐNG XẢ

Để gắn ống hút và ống xả, hãy làm theo các bước sau:

- Gắn đầu phẳng của ống xả vào đầu ra van (A) và vặn chặt theo cùng chiều kim đồng hồ. Đường cao nhất trong số 9 vết cắt phải thẳng đứng ở vị trí cuối cùng.
- Uốn ống lên theo vị trí thẳng đứng để đi vào vết cắt cao nhất của khớp nối (C)
- Gắn khóa ống (D) vào
- Gắn bộ bảo vệ ống màu xanh lam (E) vào ống, bộ bảo vệ sẽ nằm trong khớp khóa ống.
- Lặp lại các bước này đối với ống hút.



7.1.1.4. LÀM SẠCH BURETTE

Để làm sạch burette, làm theo các bước sau:

- Nếu burette chứa chất chuẩn độ, lấy ống hút ra khỏi chai chuẩn độ và lọc burette (xem **Auxiliary Functions**).
- Đặt ống hút vào dung môi Karl Fischer.
- Bơm môi cho burette với dung môi (2 lần) (xem **Auxiliary Functions**)
- Trong khi nạp lại burette lần thứ hai, lấy ống hút ra khỏi dung môi hoặc dung dịch làm sạch và để không khí thay thế chất lỏng trong burette.

Nếu quy trình làm sạch đơn giản này không đủ, hãy tiếp tục với các bước sau:

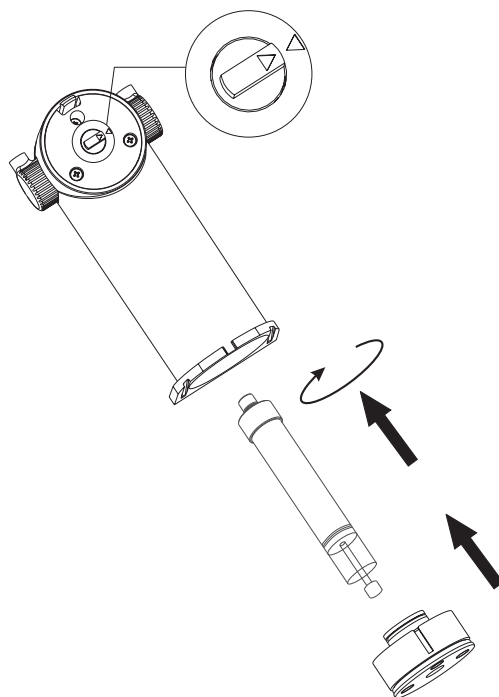
- Trượt burette ra khỏi bơm.
- Tháo ống xả và ống hút. Làm sạch chúng riêng biệt hoặc sử dụng một cái mới
- Sử dụng dụng cụ tháo burette **HI900942** tháo nắp bảo vệ khỏi đáy của burette.
- Dùng ngón tay để tháo xy lanh ra khỏi burette.
- Rút pít tông ra khỏi xy lanh.
- Làm sạch cả pít tông và xy lanh bằng dung dịch tẩy rửa thích hợp.
- Loại bỏ chất lỏng dư thừa.

Lưu ý: Tránh các ống, xy lanh và pít tông bằng dung môi khô (ethanol, isopropanol hoặc methanol) trước khi lắp ráp lại để loại bỏ nước thừa.

Cảnh báo! Tránh tiếp xúc với chất chuẩn độ bằng tay không. Tránh làm đổ chất chuẩn độ. Làm sạch mặt ngoài của xy lanh và pít tông để loại bỏ các hóa chất mạnh. Không chạm vào phần PTFE màu trắng của pít tông hoặc thành bên trong của burette bằng tay trần hoặc vật liệu dính dầu mỡ.

Tham khảo MSDS của nhà sản xuất để biết thông tin xử lý hóa chất an toàn.

- Lắp lại pít tông vào xy lanh
- Dùng ngón tay vạy xy lanh vào burette.
- Lắp cẩn thận nắp bảo vệ vào đáy của burette.
- Trượt burette vào giá đỡ burette. Định vị trục pít tông để ghép burette vào bơm một cách chính xác
- Nên bơm mỗi burette ba lần bằng chất chuẩn độ mới.



7.1.2. CHUẨN BỊ BURETTE (THÊM CHẤT CHUẨN ĐỘ)

Trước khi bắt đầu chuẩn độ, burette phải được châm đầy chất chuẩn độ thích hợp để thu được kết quả chính xác và lắp lại. Để làm đầy burette, hãy làm theo các bước sau:

- Nếu cần, hãy làm sạch burette và đảm bảo rằng burette rỗng
- Từ màn hình chính, nhấn **Burette**
- Chọn *Prime Burette* và nhấn **Select**
- Nhập số lần tráng burette (tối thiểu là 3 lần).
- Nhấn **Accept**
- Chỉ lắp ống hút vào chai chuẩn độ khi pít-tông đang đi xuống và cách đỉnh khoảng $\frac{1}{4}$.
- Để tránh sự xuất hiện của các bọt khí bên trong burette, phải đảm bảo có dòng chất lỏng liên tục bên trong burette. Một ít không khí ngay trên mực chất lỏng ở lần làm đầy đầu tiên là bình thường. Lần làm đầy tiếp theo sẽ hút hết không khí; không còn không khí trong van.
- Đôi khi trong quá trình này, dùng ngón tay gõ nhẹ vào ống sẽ giúp loại bỏ bọt khí còn sót lại trong ống

7.2. BẢO DƯỠNG ĐẦU DÒ

Bảo dưỡng đầu dò đúng cách là rất quan trọng để có các phép đo đáng tin cậy và kéo dài tuổi thọ của đầu dò. Tần suất bảo dưỡng sẽ phụ thuộc phần lớn vào loại mẫu được phân tích. Có thể phải bảo trì nếu quan sát thấy bất kỳ điều nào sau đây:

- Điện cực phản ứng chậm hoặc không có tín hiệu
- Đọc mV bị nhiễu
- Có các mảnh vụn trên hoặc giữa các chân điện cực
- Xuất hiện lớp phủ trên chân điện cực

Nếu quan sát thấy những dấu hiệu này, chân điện cực có thể bị bẩn. Tráng điện cực bằng dung môi thích hợp với loại mẫu được sử dụng - thường là methanol.

Để đầu dò khô hoàn toàn trước khi lắp lại. Nếu cần làm sạch kỹ hơn, hãy ngâm điện cực vài giờ trong Dung dịch làm sạch điện cực **HI7061**, sau đó rửa sạch bằng nước, sau cùng là methanol. Để khô trước khi lắp lại.

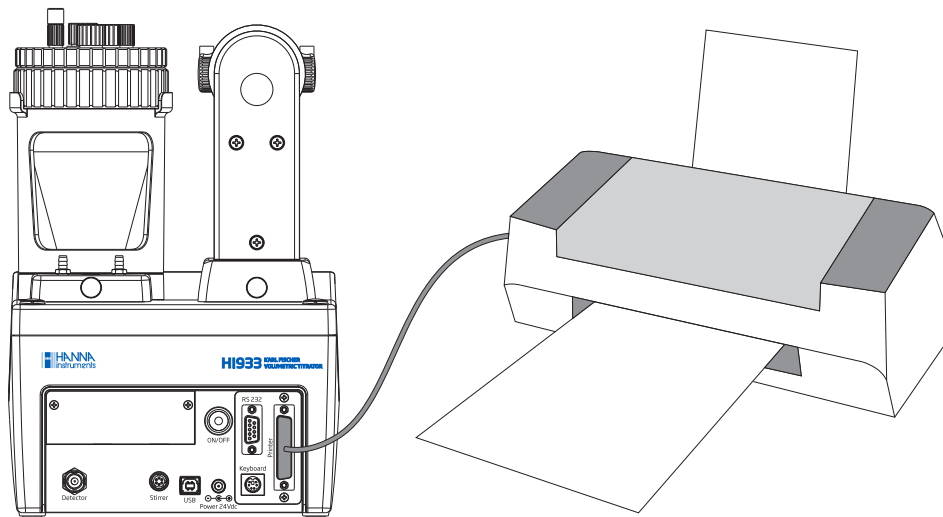
Sau khi để đầu dò khô, kiểm tra xem có vết nứt nào không, đặc biệt là gần các chân điện cực. Thay thế điện cực nếu tìm thấy bất kỳ vết nứt nào.

Cẩn thận! Hãy cẩn thận để bảo vệ các chân điện cực khỏi bị hư hỏng! Tránh sử dụng bàn chải/chất mài mòn để làm sạch các chân điện cực. Các chân có thể dễ dàng bị uốn cong, điều này sẽ gây ra lỗi vĩnh viễn trong khi đọc mV!

7.3. THIẾT BỊ NGOẠI VI

7.3.1. KẾT NỐI VỚI MÁY IN

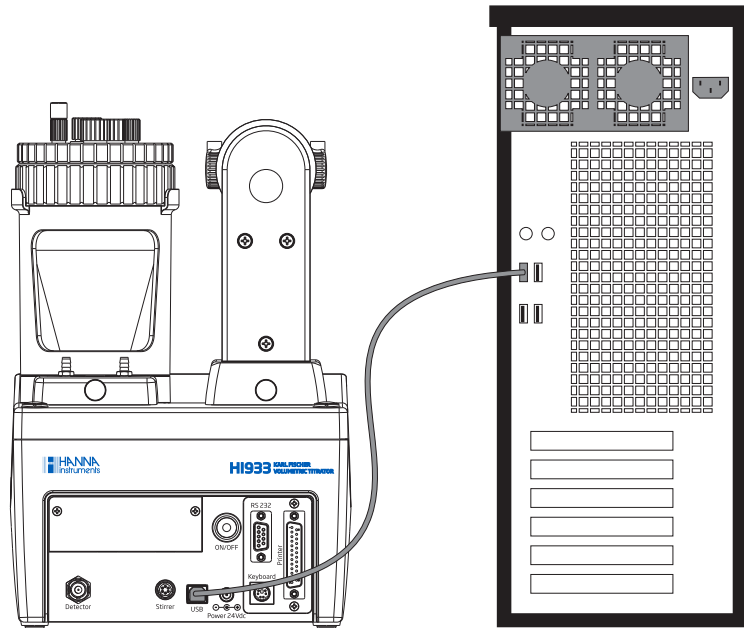
Nhiều máy in song song có thể được kết nối với cổng song song của máy chuẩn độ bằng cáp DB25.



Cảnh báo! Máy chuẩn độ và máy in bên ngoài phải được TẮT trước khi chúng được kết nối.

7.3.2. KẾT NỐI VỚI MÁY TÍNH

Máy chuẩn độ có thể được kết nối với máy tính bằng cáp USB. Cần cài đặt ứng dụng **HI900** PC trên PC.

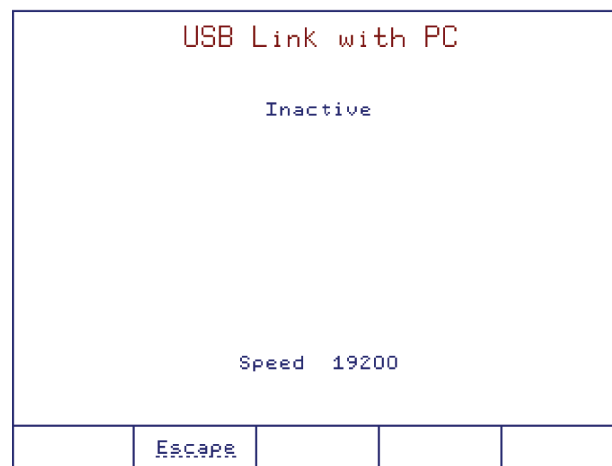


Kết nối cáp với cổng USB trên bảng điều khiển phía sau của máy chuẩn độ.

Kết nối cáp với cổng USB trên PC.

Mở màn hình **USB Link with PC** trên máy chuẩn độ (xem **General Options**).

Chạy ứng dụng **HI900** PC và sau đó chọn Cổng USB thích hợp trên PC.

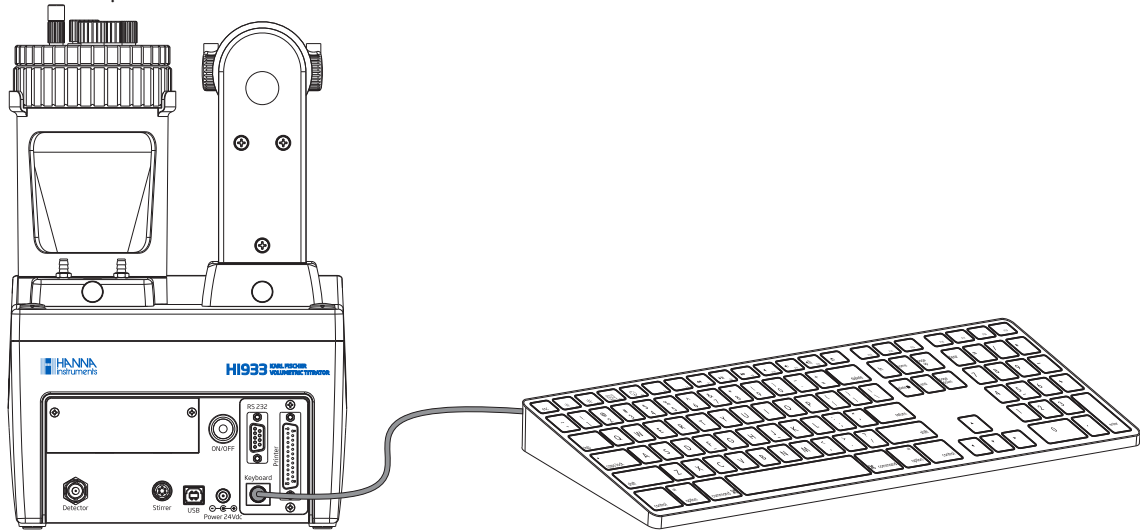


Ứng dụng **HI900** PC cho phép chuyển các phương pháp và báo cáo giữa máy chuẩn độ và PC.

Cảnh báo ! Kết nối/ngắt kết nối dây điện, bơm, máy in hoặc cân chỉ được thực hiện khi tắt máy chuẩn độ và các thiết bị bên ngoài.

7.3.3. KẾT NỐI VỚI BÀN PHÍM MÁY TÍNH

Kết nối này cho phép bạn sử dụng bàn phím PS/2 PC bên ngoài bàn phím của máy chuẩn độ.



Sự tương ứng giữa bàn phím của máy chuẩn độ và bàn phím ngoài kiểu United States 101 như sau:

Bàn phím PC (United States 101)	Bàn phím máy chuẩn độ
Phím F-1	
Phím F-2	
Phím F-3	
Phím F-4	
Phím F-5	Phím 1 (từ trái sang phải)
Phím F-6	Phím 2 (từ trái sang phải)
Phím F-7	Phím 3 (từ trái sang phải)
Phím F-8	Phím 4 (từ trái sang phải)
Phím F-9	Phím 5 (từ trái sang phải)
Phím F-10	
Mũi tên Up	
Mũi tên Down	
Mũi tên Left	
Mũi tên Right	
Page Up	
Page Down	
Bàn phím số 0 đến 9	đến
Enter	
Bàn phím chữ và số	Cho phép nhập chữ và số

8. TỐI ƯU HÓA PHƯƠNG PHÁP

8.1. TITRATION SETTINGS (CÀI ĐẶT CHUẨN ĐỘ)

Máy đã được cài đặt sẵn phương pháp có thể sử dụng cho hầu hết mọi mẫu cần xác định độ ẩm. Tuy nhiên, để phù hợp với nhiều loại mẫu và nền khác nhau, các thông số chuẩn độ **HI933** đều có thể tùy chỉnh thêm. Phần này mô tả các thông số chuẩn độ cần thiết để người dùng sửa đổi Standard method hoặc phát triển các phương pháp chuẩn độ mới.

Các phương pháp **HI933** có thể được sửa đổi và tùy chỉnh dựa trên yêu cầu của mẫu, nền và công thức thuốc thử. Các cài đặt có thể thay đổi được chia thành hai loại: Control Parameters (thiết lập các chức năng quan trọng, cài đặt kết thúc chuẩn độ) và Method Options (kiểm soát các tính năng không ảnh hưởng trực tiếp đến phép đo và chủ yếu nâng cấp phương pháp để rút ngắn thời gian chuẩn độ).

8.2. CONTROL PARAMETERS (KIỂM SOÁT THÔNG SỐ)

8.2.1. END POINT POTENTIAL AND POLARIZATION CURRENT (ĐIỂM THỂ ĐIỂM CUỐI VÀ PHÂN CỰC ĐIỆN CỰC)

HI933 sử dụng hệ thống điện cực phân cực được gọi là quang điện tử. Máy chuẩn độ theo dõi điện áp cần thiết để duy trì dòng điện phân cực không đổi (I_{pol}) giữa chân điện cực bạch kim kép trong suốt quá trình chuẩn độ.

Trong quá trình chuẩn độ sẽ không có Iodine dư. Để duy trì dòng điện phân cực đã cài đặt, **HI933** phải đặt một điện áp tương đối lớn qua các chân của điện cực.

Tại thời điểm kết thúc chuẩn độ, lượng Iodine được thêm vào bằng với lượng nước trong mẫu. Khi thêm một lượng dư chất chuẩn độ, Iodine sẽ có mặt trong dung dịch. Iodine dư dễ bị khử, và iodide tạo thành dễ bị oxi hóa trong các phản ứng điện cực ở cực âm và cực dương. Sự dễ dàng của các phản ứng này làm cho việc duy trì dòng điện phân cực không đổi có thể ở thế điện cực thấp hơn nhiều.

Theo lý thuyết, sự thay đổi lớn trong thế điện cực cho thấy điểm kết thúc. Trong thực tế, điểm kết thúc chuẩn độ đạt được khi thế điện cực giảm xuống dưới giá trị xác định trước và đáp ứng các tiêu chí kết thúc đã chọn.

Việc lựa chọn điện thế điểm cuối trước hết phải dựa trên dòng điện phân cực và ở mức độ thấp hơn, thành phần của dung môi Karl Fischer và nền mẫu. Nếu dòng điện phân cực bị thay đổi thì điện thế điểm cuối cũng phải thay đổi. Ngoài ra, có những lưu ý khi chọn điện thế điểm cuối. Việc chọn điểm kết thúc "quá cao" hoặc "quá thấp" sẽ dẫn đến thời gian chuẩn độ lâu và độ lặp kém. Điểm cuối "quá cao" làm nồng độ iodine dư được phát hiện không đáng tin cậy. Điện thế điểm cuối "quá thấp" có nghĩa là có một lượng lớn Iodine trong cốc chuẩn độ.

Ngoài ra, thời gian chuẩn độ tỷ lệ với dòng điện phân cực. Do đó, có thể giảm thời gian chuẩn độ bằng cách tăng dòng phân cực. Trong khi giá trị I_{pol} mặc định là 20 μA dẫn đến chuẩn độ nhanh hơn các tùy chọn 1, 2, 5, 10 và 15 μA , việc tăng thêm lên 30 hoặc 40 μA không rút ngắn đáng kể quá trình chuẩn độ. Tuy nhiên, việc lựa chọn dòng điện phân cực cao hơn sẽ làm tăng tốc độ nhiễm bẩn điện cực và có khả năng làm phân hủy mẫu sử dụng hệ dung môi đặc biệt.

8.2.1.1. DOSING PARAMETERS (THÔNG SỐ LIỀU)

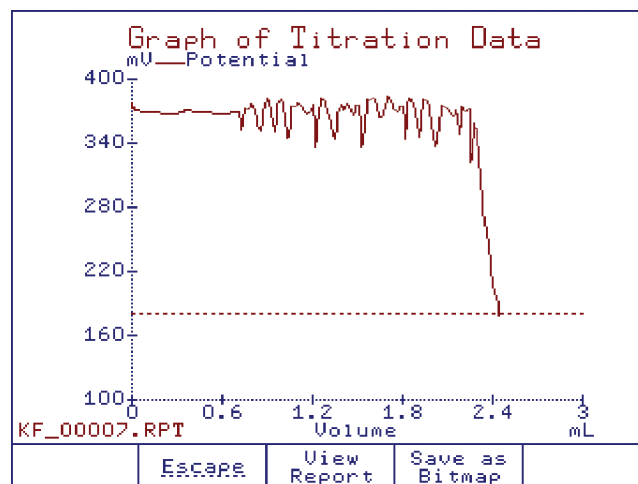
HI933 dự đoán khi đến gần điểm cuối và giảm thể tích chất chuẩn độ được thêm vào cho đến khi đạt điểm cuối. Đây là một quá trình được kiểm soát bằng phần mềm được gọi là định lượng động. Định lượng động ngăn chặn việc bổ sung chất chuẩn độ vượt quá điểm cuối và cung cấp mật độ dữ liệu nâng cao xung quanh của điểm cuối, giúp xác định điểm cuối chính xác và chuẩn độ nhanh hơn. Người sử dụng phải cài đặt thể tích liều tối thiểu và tối đa một cách thích hợp để dùng liều động có hiệu quả.

8.2.1.1.1. MINIMUM DOSE (LIỀU TỐI THIỂU)

Giảm liều tối thiểu làm tăng độ chính xác nhưng kéo dài thời gian chuẩn độ. Trường hợp ngoại lệ là khi Stability time đã được chọn trong phần Termination criteria và giá trị Drift rate cao. Trong những trường hợp này, liều tối thiểu phải đủ lớn để duy trì điện thế điểm cuối bằng cách phản ứng với tất cả nước do độ đã chọn. Tăng liều tối thiểu làm rút ngắn thời gian chuẩn độ nhưng làm giảm độ chính xác và tăng khả năng chuẩn độ quá điểm cuối.

8.2.1.1.2. MAXIMUM DOSE (LIỀU TỐI ĐA)

Thể tích liều tối đa phải được điều chỉnh theo công thức và nồng độ của chất chuẩn. Thể tích liều tối đa phải được đặt càng cao càng tốt mà không vượt quá tốc độ phản ứng của hệ thuốc thử. Bảng dưới đây cung cấp liều lượng tối đa được đề xuất cho các hệ thống thuốc thử phổ biến dựa trên tốc độ phản ứng tương đối của chúng. Cách hiệu quả nhất để tối ưu hóa thể tích liều tối đa là xem xét thời gian chuẩn độ và kiểm tra hình dạng của đường cong chuẩn độ. Trong trường hợp thể tích liều tối đa quá cao, Iodine sẽ được thêm vào nhanh hơn tốc độ phản ứng chuẩn độ. Lượng Iodine dư này sẽ làm điện thế giảm mạnh, **HI933** sẽ hiểu là điểm kết thúc đang đến gần. Điều này sẽ dẫn đến thuật toán định lượng động giảm thể tích liều cho đến khi lượng iốt dư có thời gian phản ứng. Kích thước liều giảm làm gián đoạn quá trình chuẩn độ và làm tăng thời gian chuẩn độ đáng kể. Do đó, quá trình chuẩn độ sẽ bị gián đoạn nhiều lần và tổng thời gian chuẩn độ tăng lên, mặc dù giá trị của thể tích liều tối đa lớn. Biểu đồ dưới đây cho thấy một ví dụ về phép chuẩn độ với liều tối đa lớn.



Bởi vì tốc độ phản ứng với thuốc thử hai cấu tử nhanh hơn so với thuốc thử một cấu tử, thể tích liều tối đa có thể được đặt cao hơn một chút khi sử dụng hệ thống hai cấu tử. Khi liều tối đa quá thấp, thời gian chuẩn độ sẽ bị kéo dài.

Hệ thống thuốc thử Karl Fischer	Thể tích liều tối đa
One-Component Systems	20 đến 30 μL
One-Component Systems for aldehydes and ketones	20 đến 25 μL
One-Component Systems formulated with pyridine	15 đến 20 μL
Two-Component Systems	40 đến 60 μL
Two-Component Systems formulated with pyridine	25 đến 30 μL

8.2.1.2. MAXIMUM DOSING MODE (CHẾ ĐỘ LIỀU TỐI ĐA)

Nếu tùy chọn này được kích hoạt, khi giá trị mV lớn hơn 150 mV tính từ điểm cuối đã đặt, thuật toán sẽ luôn định giá trị lớn nhất, do đó giảm thời gian chuẩn độ.

Nếu quá trình chuẩn độ nhiều, sẽ có nguy cơ làm chuẩn độ bị quá điểm cuối.

8.2.1.3. TIME INCREMENT (BƠM TUYẾN TÍNH THEO THỜI GIAN)

Cài đặt này kiểm soát khoảng thời gian giữa các lần thêm chất chuẩn độ liên tiếp.

Việc đặt khoảng thời gian thích hợp là rất quan trọng để đảm bảo rằng chất chuẩn độ có đủ thời gian để trộn với mẫu sao cho điện cực đo được dung dịch đồng nhất trước khi máy chuẩn độ đề xuất thể tích của liều chất chuẩn tiếp theo.

Giá trị của khoảng thời gian phụ thuộc vào hệ thống thuốc thử được sử dụng. Mặc dù giá trị mặc định của 1 giây tương thích với bất kỳ hệ thống thuốc thử nào, việc chuẩn độ sử dụng hệ thống thuốc thử hai thành phần có thể được thực hiện nhanh chóng bằng cách giảm thời gian giữa các liều liên tiếp.

8.2.1.4. START MODE

HI933 có thể được đặt ở chế độ bình thường hoặc cẩn thận. Bắt đầu thêm chất chuẩn từ từ giúp ngăn ngừa việc chuẩn độ quá mức đối với mẫu có hàm lượng nước rất thấp. Ở chế độ này, **HI933** bắt đầu chuẩn độ bằng cách sử dụng thể tích liều tối thiểu do người dùng chỉ định thay vì bắt đầu với một nửa thể tích liều tối đa như với chế độ bình thường.

8.2.1.5. SIGNAL AVERAGING (TÍNH HIỆU TRUNG BÌNH)

Giá trị được chọn để tính trung bình xác định số lần đọc trung bình của thiết bị để tạo ra một điểm duy nhất trên đường cong chuẩn độ. Việc chọn 3, 4, ..., 10 giá trị đọc sẽ làm giảm thời gian phản hồi điện cực, tuy nhiên đường cong chuẩn độ sẽ mượt mà hơn và có thể dẫn đến chuẩn độ nhanh hơn (các số đọc không ổn định đơn lẻ có thể làm giảm thể tích liều).

8.2.1.6. FLOW RATE (TỐC ĐỘ DÒNG)

Cài đặt tốc độ dòng sẽ chỉ định thể tích chất chuẩn độ được pha phối mỗi phút. Tốc độ dòng mặc định nên được sử dụng cho phần lớn các phép chuẩn độ. Trong trường hợp chất chuẩn độ nhớt hơn, tốc độ dòng chảy có thể giảm xuống.

8.2.2. TERMINATION PARAMETERS (THÔNG SỐ KẾT THÚC CHUẨN ĐỘ)

Dưới đây là ba tiêu chí mà theo đó phép chuẩn độ có thể được coi là đã đạt đến điểm kết thúc thành công.

8.2.2.1. STABILITY TIME (THỜI GIAN ỔN ĐỊNH)

Khi tiêu chí này được chọn, chuẩn độ được coi là đã đạt đến điểm kết thúc khi điện thế hiện tại ở dưới điện thế điểm cuối đã đặt trong một khoảng thời gian ổn định (khoảng từ 5 đến 15 giây). Stability time và Minimum dose size phải được đặt sao cho khi kết thúc chuẩn độ, thể tích liều tối thiểu đủ lớn để phản ứng với tất cả nước rò rỉ vào bình chuẩn độ theo giá trị Drift rate đã đặt trước. Nếu Minimum dose quá nhỏ để phản ứng vào lượng nước đi vào thì quá trình chuẩn độ sẽ không bao giờ kết thúc.

8.2.2.2. DRIFT STOP TERMINATION CRITERIA

Tiêu chí kết thúc dựa trên giá trị Drift rate hoặc Drift stop. Khi kết thúc chuẩn độ, khi tất cả nước trong mẫu đã được phản ứng, thiết bị chuẩn độ chỉ nên chuẩn độ nước thấm vào bình đến giá trị Background drift rate (xem phần **Drift Analysis**).

Lý tưởng nhất, chuẩn độ sẽ kết thúc khi giá trị Drift rate bằng với giá trị Drift rate trước khi bắt đầu chuẩn độ. Tuy nhiên, điều đó là rất khó và cần nhiều thời gian. Để rút ngắn thời gian chuẩn độ, **HI933** kết hợp hai tiêu chí là Relative Drift stop và Absolute Drift stop

8.2.2.2.1. RELATIVE DRIFT STOP

Đây là tiêu chí kết thúc được lựa chọn đầu tiên vì chúng phổ biến, dễ sử dụng, cho kết quả chuẩn độ nhanh và lặp lại. Lợi thế của tiêu chí này là giá trị Drift rate có thể được đặt độc lập với nồng độ chất chuẩn và giá trị Drift rate ban đầu. Chuẩn độ đạt đến điểm kết thúc khi đã chuẩn độ tất cả lượng nước trong mẫu và duy trì giá trị Drift rate bằng tổng của giá trị Drift rate ban đầu và "Relative Drift stop" (tức là giá trị Drift rate cao hơn một chút so với giá trị Drift rate ban đầu).

Việc lựa chọn "Relative Drift stop" ảnh hưởng đến thời gian chuẩn độ và độ lặp. Các giá trị thấp (5 đến 10 $\mu\text{g}/\text{phút}$) sẽ dẫn đến các phép chuẩn độ có độ lặp cao và thời gian dài. Các giá trị "Relative Drift stop" cao (20 đến 30 $\mu\text{g}/\text{phút}$) sẽ dẫn đến chuẩn độ nhanh và giảm độ lặp. Giảm độ lặp là điều cần quan tâm đặc biệt khi sử dụng các thuốc thử có tốc độ phản ứng chậm (thuốc thử một cấu tử hoặc aldehyde và ketone). Phải đặt giá trị "Relative Drift stop" thích hợp khi làm việc với các mẫu không hòa tan hoặc ít hòa tan. Trong các kiểu chuẩn độ này, các vết nước cuối cùng được giải phóng rất chậm. Nếu mẫu chứa một lượng nước nhỏ, giá trị "Relative Drift stop" phải được đặt rất thấp. Nếu mẫu chứa một lượng nước lớn, các vết nước cuối cùng có thể được bỏ qua thì các phép chuẩn độ có thể được kết thúc ở giá trị Drift rate cao hơn.

8.2.2.2.2. ABSOLUTE DRIFT STOP

Theo tiêu chí này, phép chuẩn độ đạt đến điểm kết thúc khi độ lệch giảm xuống dưới ngưỡng xác định trước được gọi là giá trị "Absolute Drift stop".

"Absolute Drift stop" không tính đến giá trị Drift rate ban đầu nhưng có lợi thế là có thể được thiết lập mà không cần xem xét đến nồng độ chất chuẩn độ. Ngoài ra, để quá trình chuẩn độ đạt đến điểm cuối, ngưỡng "Absolute Drift stop" phải được đặt cao hơn giá trị Drift rate ban đầu.

Nhược điểm chính là giá trị Background Drift rate thực tế phải được xem xét trước khi đặt giá trị Absolute drift. Phải cân bằng giữa tốc độ chuẩn độ và độ chính xác. Chọn ngưỡng

cao hơn một chút so với giá trị Drift rate ban đầu sẽ làm chuẩn độ chậm hơn nhưng độ lặp cao. Đặt ngưỡng cao hơn (> 30 µg/phút) sẽ dẫn đến chuẩn độ rất nhanh và độ lặp giảm.

8.2.3. METHOD OPTIONS (TÙY CHỌN PHƯƠNG PHÁP)

8.2.3.1. PRE-DISPENSING AMOUNT (THÊM TRƯỚC MỘT LƯỢNG CHẤT CHUẨN)

Có thể rút ngắn thời gian chuẩn độ bằng cách thêm một lượng lớn chất chuẩn độ khi bắt đầu phân tích nếu biết hàm lượng nước gần đúng của mẫu.

Thể tích chất chuẩn dao động từ 1% đến 90% lượng cần thiết để đạt được điểm kết thúc. Lượng chất chuẩn độ cao (khoảng 90%) làm tăng khả năng chuẩn độ sai. Lượng thêm vào trên 50% chỉ nên được sử dụng nếu phản ứng xảy ra rất nhanh.

8.2.3.2. PRE-ANALYSIS STIR TIME (THỜI GIAN KHUẤY TRƯỚC CHUẨN ĐỘ)

Khi phân tích các mẫu rắn có độ hòa tan hạn chế hoặc các mẫu giải phóng nước liên kết chậm, mẫu phải được khuấy trong dung môi đã chọn trước khi bắt đầu chuẩn độ, để tránh kết quả chuẩn độ thấp hoặc không đạt được điểm cuối. Tùy chọn thời gian khuấy trước khi phân tích đảm bảo rằng sau khi thêm mẫu vào, hỗn hợp chuẩn độ được khuấy trong một khoảng thời gian trước khi bất kỳ chất chuẩn độ nào được thêm vào cốc. Thời gian khuấy trước khi phân tích có thể được đặt từ 0 đến 1000 giây.

8.2.3.3. STIRRING SPEED (TỐC ĐỘ KHUẤY)

Từ 200 đến 2000 RPM với độ phân giải 100 RPM.

Tốc độ khuấy tối ưu đạt được khi có thể nhìn thấy dòng xoáy nhỏ. Nếu tốc độ khuấy quá thấp quá trình chuẩn độ mất nhiều thời gian và độ lặp kém. Nếu tốc độ khuấy quá cao, bọt khí sẽ hình thành trong dung dịch. Bong bóng có thể làm mất ổn định hoặc làm sai lệch điện thế đo được.

Tốc độ khuấy mặc định cho thuốc thử Karl Fischer thương mại phù hợp với tiêu chuẩn của Hanna là 900 RPM. Có thể điều chỉnh tốc độ khuấy đối với dung dịch có độ nhớt cao hơn hoặc thấp hơn.

8.2.3.4. BACKGROUND DRIFT RATE ENTRY (NHẬP BACKGROUND DRIFT RATE)

Tùy chọn này cung cấp sự lựa chọn giữa xác định giá trị Drift rate tự động của **HI933** và quy định một giá trị cố định được sử dụng bởi máy chuẩn độ làm giá trị Drift rate.

Lợi ích chính của việc bỏ qua tính năng Drift rate tự động là tiết kiệm thời gian. Điều này thích hợp khi chuẩn độ các mẫu có hàm lượng nước cao mà giá trị Drift rate quá thấp hoặc trong các tình huống chờ **HI933** tiến hành phân tích giá trị Drift rate.

8.3. MẪU

8.3.1. QUY TRÌNH LẤY MẪU ĐÚNG CÁCH

Việc lấy mẫu đúng cách là điều cần thiết để xác định chính xác hàm lượng nước, đặc biệt là với các mẫu không đồng nhất. Nhiều phương pháp tiêu chuẩn hướng dẫn chi tiết để đảm bảo lấy mẫu thích hợp. Theo nguyên tắc chung, cần tuân thủ các hướng dẫn sau:

- Mẫu phải mang tính đại diện. Hàm lượng nước của mẫu được lấy giống như hàm lượng nước trung bình của cả mẫu lớn.
- Tránh để mẫu tiếp xúc với các tác động ô nhiễm của độ ẩm không khí. Lấy mẫu càng nhanh càng tốt và bảo vệ mẫu trong quá trình vận chuyển và hoặc bảo quản.

- Lấy một lượng mẫu từ mẫu lớn. Bề mặt của mẫu hút ẩm có thể chứa mức độ ẩm cao hơn so với phần còn lại của mẫu. Bề mặt của mẫu thoát nước có thể chứa ít nước hơn so với phần còn lại của mẫu.
- Lấy một mẫu có kích thước lớn sẽ cho ra một mẫu mang tính đại diện hơn.

8.3.2. XÁC ĐỊNH KÍCH THƯỚC MẪU TỐI ƯU

Việc lựa chọn kích thước mẫu thích hợp là rất quan trọng để đạt được kết quả chuẩn độ chính xác và lặp lại. Theo nguyên tắc chung, nên chọn kích thước mẫu sao cho tiêu thụ khoảng 30-70% thể tích burette.

Bảng dưới đây minh họa mối quan hệ giữa độ lặp, thể tích chất chuẩn độ, lượng nước có trong mẫu, kích thước mẫu và hàm lượng nước của mẫu.

Relative Standard Deviation	Titrant Volume Required		Amount of Water in Sample	Size of Sample	Water Content of Sample
	0.002 mL	0.005 mL	10 µg		10%
>5.0%					
3.0%	0.02 mL	0.05 mL	100 µg	0.01 g	1%
1.0%				0.1 g	
0.65%	0.2 mL	0.5 mL	1 mg	1 g	1000 ppm
				10 g	
<0.40%	2.0 mL	5.0 mL	10 mg	100 g	100 ppm
	20 mL	50 mL	100 mg		10 ppm
	5 mg/mL	2 mg/mL			

Kích thước mẫu lý tưởng có thể được ước tính bằng cách vẽ một đường từ hàm lượng nước dự kiến đến lượng nước trong mẫu tương ứng với độ lặp chuẩn độ mong muốn (độ lệch chuẩn tương đối). Kích thước mẫu lý tưởng là vị trí giao nhau của đường vẽ với "kích thước của mẫu".

Hãy xem ví dụ phía trên. Đường này được vẽ cho mẫu có khoảng 1% nước và yêu cầu độ lặp tốt nhất có thể. Giao điểm của đường thẳng cho biết để đưa 10 mg nước tối ưu vào tế bào chuẩn độ, người sử dụng phải thêm 1 g mẫu.

Lượng mẫu cần thiết để đưa 10 mg nước vào tế bào chuẩn độ cũng có thể được tính trực tiếp bằng công thức dưới đây.

$$\text{Sample mass (g)} = \frac{1}{\%H_2O \text{ in sample}}$$

8.3.3. MẪU RẮN

Mẫu phải được hòa tan đầy đủ trong dung môi. Điều này đạt được bằng cách chọn một hệ dung môi thích hợp, chuẩn bị mẫu thích hợp và tối ưu hóa các điều kiện phản ứng. Sau khi đảm bảo rằng mẫu có thể hòa tan trong dung môi hoặc hỗn hợp dung môi đã chọn. Có thể hỗ trợ hòa tan mẫu rắn bằng cách nghiền mẫu thành bột mịn, tăng thời gian khuấy trước khi chuẩn độ hoặc làm nóng dung môi trong quá trình chuẩn độ với tùy chọn cốc chuẩn độ có vách ngăn giữ nhiệt và thiết bị tuần hoàn nước.

Mẫu rắn được thêm vào tế bào chuẩn độ bằng cách tháo phích cắm mẫu. Lượng mẫu rắn thêm dưới dạng khối lượng hoặc theo số mảnh:


- Cân khối lượng của mẫu trong thuyền cân.
- Bắt đầu trình tự chuẩn độ trên **HI933** bằng phím "start analysis" từ chế độ chờ. Thao tác này sẽ hiển thị màn hình "add sample"
- Trượt phích cắm mẫu lên, ra khỏi miệng bình để mở cổng thêm mẫu
- Nhanh chóng thêm mẫu vào đảm bảo rằng **TẤT CẢ** mẫu được chuyển vào dung môi. Tránh mọi sự tiếp xúc giữa mẫu và thành hoặc đỉnh của tế bào
- Lắp lại phích cắm mẫu vào bình.
- Xác định khối lượng của thuyền cân rỗng.
- Tính khối lượng của mẫu được thêm vào (lấy khối lượng của thuyền cân chứa mẫu trừ đi khối lượng thuyền cân rỗng).
- Nhập khối lượng mẫu đã tính toán vào **HI933**.
- Bắt đầu chuẩn độ bằng phím "start analysis".
- Cần chú ý thêm mẫu rắn càng nhanh càng tốt để giảm thiểu thời gian mở cổng thêm mẫu. Điều quan trọng nữa là đảm bảo rằng tất cả mẫu tiếp xúc với dung môi và không tiếp xúc hoặc dính vào các thành bên trong của nắp bình. Mất dù chỉ mất một phần nhỏ của khối lượng mẫu sẽ làm kết quả chuẩn độ cao hơn thực tế.

Trong một số trường hợp, mẫu rắn có thể yêu cầu một trong các bước chuẩn bị bổ sung Hướng dẫn chuẩn bị mẫu cụ thể được bao gồm trong các phương pháp tiêu chuẩn.

8.3.4. MẪU LỎNG

Phải chọn hệ dung môi hoặc hỗn hợp mà mẫu có thể trộn lẫn với nhau. Chất lỏng thường được thêm vào qua vách ngăn thông qua một ống tiêm và kim tiêm theo các bước sau:

- Gắn một kim dài (dài khoảng 6 cm, 21 gauge) vào một ống tiêm đủ lớn để chứa ít nhất một thể tích mẫu hoàn chỉnh.
- Rửa sạch ống tiêm và kim tiêm với mẫu nhiều lần bằng cách rút một phần nhỏ mẫu, kéo dài hết pít tông, lắc để phủ bên trong ống tiêm và đẩy mẫu vào thùng thu gom chất thải
- Hút đủ mẫu vào ống tiêm để chuẩn độ ít nhất một lần.
- Lau khô bên ngoài bằng khăn hoặc khăn giấy không xơ.
- Xác định khối lượng của ống tiêm và mẫu.
- Bắt đầu chuẩn độ từ chế độ chờ bằng cách nhấn phím tùy chọn "start analysis".
- Đưa kim qua vách ngăn trong cổng lấy mẫu. Đẩy ống tiêm qua vách ngăn cho đến khi đầu kim cách bề mặt dung môi khoảng 1 cm.
- Xả mẫu đều đặn, đảm bảo rằng mẫu được đưa trực tiếp vào dung môi và không bắn tung tóe lên thành cốc chuẩn độ hoặc đầu ống xả.
- Hút một lượng nhỏ không khí từ bên trong cốc vào ống tiêm để đảm bảo rằng không có giọt mẫu nào còn sót lại trên đầu kim.
- Cần thận rút ống tiêm và kim ra khỏi vách ngăn để kim không chạm vào dung môi hoặc các thành phần khác bên trong tế bào chuẩn độ.
- Xác định khối lượng của ống tiêm và kim tiêm.

- Tính khối lượng của mẫu được thêm vào bình chuẩn độ (lấy khối lượng của ống tiêm sau khi đã thêm mẫu trừ đi khối lượng của ống tiêm trước khi thêm mẫu).
- Nhập khối lượng đã tính toán của mẫu vào **HI933**.
- Bắt đầu chuẩn độ bằng phím tùy chọn  từ màn hình thêm mẫu.

Khi thêm mẫu lỏng bằng bơm kim tiêm, điều quan trọng là mẫu phải được đưa trực tiếp vào dung môi, không được đong trên thành bình, không để giọt nào còn sót lại trên đầu kim vì sẽ dẫn đến kết quả thấp hơn thực tế.

Các mẫu lỏng có độ nhớt cao, như mật ong, có thể được thêm vào cốc qua ống tiêm không có kim. Trong một số trường hợp, mẫu chất lỏng cần được chuẩn bị trước khi chuẩn độ. Hướng dẫn chuẩn bị mẫu cụ thể nằm trong mỗi Standard method.

8.3.5. KỸ THUẬT CHUẨN BỊ MẪU

Trong khi nhiều mẫu có thể được đưa trực tiếp vào bình chuẩn độ (xem phần **Sample Addition**), những mẫu khác lại yêu cầu các bước chuẩn bị trước. Điều quan trọng là mẫu không bị nhiễm thêm nước hoặc mất nước trong giai đoạn chuẩn bị.

Để có hướng dẫn chi tiết, hãy tham khảo hướng dẫn kèm theo các phương pháp tiêu chuẩn. **HI933** cung cấp các tùy chọn để tính toán tự động các mẫu được chuẩn bị thông thường, mẫu chiết xuất bên ngoài và mẫu hòa tan bên ngoài.

8.3.5.1. INTERNAL EXTRACTIONS (CHIẾT XUẤT MẪU BÊN TRONG CỐC)

Việc chiết xuất bên trong cốc được thực hiện bằng cách sử dụng tùy chọn loại mẫu "nomal" trong menu "sample parameters". Loại chuẩn bị mẫu này thích hợp cho các mẫu rắn giải phóng nước tương đối nhanh (trong thời gian khuấy trước khi phân tích) và thể hiện khả năng hòa tan hạn chế hoặc không có trong dung môi Karl Fischer. Chiết xuất mẫu bên trong nên được sử dụng ưu tiên hơn so với các kỹ thuật chiết xuất bên ngoài vì nước chiết xuất được chuẩn độ ngay lập tức, điều này cho phép chiết xuất hoàn toàn theo nguyên tắc Le Chatlier. Sơ lược về quy trình chung như sau:

- Thêm methanol hoặc dung môi thích hợp vào bình chuẩn độ và thực hiện Pre-titration.
- Điều chỉnh thời gian khuấy trước khi chuẩn độ đủ dài để hoàn thành quá trình chiết xuất. Thời gian thích hợp sẽ phụ thuộc mẫu và dung môi cụ thể. Tham khảo phương pháp tiêu chuẩn hoặc thử nghiệm bằng cách tăng thời gian khuấy trước khi chuẩn độ và chuẩn độ mẫu cho đến khi hàm lượng nước thu được không còn tăng nữa.
- Làm mẫu thành bột mịn nhất có thể để đảm bảo rằng nước trong mẫu được chiết xuất nhanh chóng.
- Cho mẫu vào bình chuẩn độ.

8.3.5.2. DILUTIONS (HÒA TAN MẪU)

Rất khó để thêm chính xác một lượng mẫu rất nhỏ vào bình chuẩn độ. Do đó, các mẫu có hàm lượng nước > 50% phải được hòa tan với dung môi khô trước khi đưa vào bình chuẩn độ. Việc hòa tan được thực hiện bằng cách sử dụng tùy chọn loại mẫu 'External dissolution'. Methanol khan là dung môi được lựa chọn để hòa tan mẫu. Nếu mẫu chứa chất béo hoặc dầu, thì có thể sử dụng hỗn hợp methanol và chloroform để tăng khả năng hòa tan của mẫu. Quy trình chung để hòa tan mẫu:

- Xác định khối lượng của bình khô được trang bị nút có vách ngăn.

- Chuyển khoảng 1g mẫu vào bình và cân khối lượng của bình và mẫu.
- Thêm 30 gam dung môi hòa tan vào bình. Đậy kín và trộn đều.
- Xác định độ ẩm của dung môi khô hòa tan trong phép chuẩn độ riêng biệt.
- Thêm mẫu đã hòa tan theo hướng dẫn thêm mẫu lỏng trong phần này.

8.3.5.3. EXTERNAL DISSOLUTION (HÒA TAN MẪU BÊN NGOÀI)

Phương pháp này cần một lượng lớn mẫu chất rắn, hòa tan nó trong một lượng dung môi tương đối nhỏ do hàm lượng nước trong mẫu rất thấp hoặc phân bố không đồng nhất. Sự hòa tan bên ngoài sẽ giúp làm giảm sai số chuẩn độ. Một phần nhỏ dung môi sau đó có thể được đưa vào bình chuẩn độ. Việc chuẩn bị mẫu và lựa chọn dung môi hoặc hỗn hợp dung môi là đặc trưng của từng mẫu. Tham khảo phương pháp tiêu chuẩn để biết chi tiết.

HI933 sẽ tự động thực hiện các tính toán cần thiết khi "External dissolution" được chọn từ menu "Sample type".

8.3.5.4. EXTERNAL EXTRACTION (CHIẾT XUẤT MẪU BÊN NGOÀI)

Nên chiết bên mẫu ngoài đối với các mẫu rắn không hòa tan, giải phóng nước chậm.

HI933 sẽ tự động thực hiện các phép tính cần thiết khi "External extraction" được chọn từ menu "Sample type". Sơ lược về quy trình chung như sau:

- Xác định khối lượng của chai chiết hoặc bình có vách ngăn.
- Cho dung môi chiết xuất vào chai và xác định khối lượng của chai và dung môi. Để tối đa hóa hiệu quả của quá trình chiết xuất, hàm lượng nước trong dung môi phải càng thấp càng tốt. Khi chọn một dung môi chiết xuất, người ta phải xem xét cẩn thận giới hạn bão hòa nước đối với dung môi.
- Xác định hàm lượng nước của dung môi.
- Xác định khối lượng dung môi còn lại trong bình chiết.
- Thêm mẫu đã nghiền mịn vào dung môi trong chai chiết. Lượng mẫu thêm vào phải đủ lớn để lượng nước trong mẫu lớn hơn nhiều so với lượng nước trong dung môi trước khi chiết.
- Lắc dung dịch hoặc đặt dung dịch trên đĩa khuấy hoặc trong máy siêu âm.
- Để phần không hòa tan của mẫu lắng xuống đáy chai chiết.
- Chuẩn độ phần mẫu nổi bên trên có kích thước thích hợp.

8.3.5.5. ĐỒNG HÓA MẪU

Đồng hóa mẫu được khuyến nghị cho các mẫu không chứa nước hoặc hỗn hợp chất lỏng cũng như các chất rắn có sự phân bố nước không đồng đều. Để nước phân bố đồng đều trong mẫu sử dụng máy trộn và máy cắt xén tốc độ cao được gọi là máy đồng hóa.

Trong các mẫu 2 pha (dầu và nước) không chứa nước, nước có xu hướng di chuyển lên bề mặt của dung dịch, bám vào thành bên trong hoặc chìm xuống đáy chai. Điều này đặc biệt có vấn đề khi lấy mẫu được thực hiện ở nhiệt độ cao và sau đó mẫu được để nguội đến nhiệt độ phòng trước khi phân tích.

Sự phân bố nước trong mẫu rắn thường không đồng nhất và do đó phải được xử lý hoàn toàn thành bột hoặc dạng đồng nhất. Quy trình đồng nhất phụ thuộc vào các đặc tính của mẫu cụ thể.

Đồng hóa đặc biệt thích hợp cho các mẫu bán rắn và huyền phù và là phương pháp duy nhất có thể phá vỡ các tế bào thực vật và mô để giải phóng nước có bên trong tế bào. Đồng hóa thường được thực hiện bên ngoài trong bình khô với việc bổ sung dung môi thích hợp, tốt nhất là methanol.

8.3.5.6. LÀM NÓNG MẪU

Đun nóng mẫu được sử dụng để phân tích các mẫu rắn hoặc lỏng không thể chiết xuất được hoặc cản trở phản ứng Karl Fischer. Chúng bao gồm nhựa, khoáng chất, các sản phẩm hóa dầu có chứa chất phụ gia và nguyên liệu ban đầu cho các sản phẩm dược phẩm. Mẫu được làm nóng trong một tủ sấy đặc biệt trong khi dòng khí khô đi qua buồng mẫu. Nhiệt độ gia nhiệt của mẫu cụ thể và có thể được tìm thấy trong các phương pháp tiêu chuẩn được áp dụng. Nhiệt độ được chọn càng cao càng tốt mà không làm phân hủy mẫu, điều này có thể làm nhiễm bẩn bình chuẩn độ.

8.4. HỆ THỐNG THUỐC THỬ KARL FISCHER

Hiện nay trên thị trường có rất nhiều loại thuốc thử Karl Fischer, mỗi loại được thiết kế cho các chất nền mẫu và điều kiện chuẩn độ cụ thể. Hệ thống thuốc thử Karl Fischer bao gồm dung môi và chất chuẩn độ. Dung môi là chất lỏng mà mẫu được thêm vào trong bình phản ứng. Chất chuẩn độ là chất lỏng chứa Iodine được bơm vào bình chuẩn độ.

8.4.1. HỆ THỐNG PHÂN LOẠI THUỐC THỬ

Hệ thống thuốc thử được phân thành 2 loại: một cấu tử và hai cấu tử tùy thuộc vào việc bao gồm lưu huỳnh đioxit và bazơ trong chất chuẩn độ hoặc trong dung môi. Trong hệ một cấu tử, còn được gọi là vật liệu tổng hợp, chất chuẩn độ chứa tất cả các chất phản ứng cần thiết (Iodine, lưu huỳnh đioxit và bazơ) được hòa tan trong alcohol hoặc ether. Trong hệ thống thuốc thử hai cấu tử, dung môi đã chứa lưu huỳnh đioxit và bazơ trong khi chất chuẩn độ thường là dung dịch bao gồm Iodine và methanol.

8.4.1.1. HỆ THUỐC THỬ MỘT CẤU TỬ

Thuốc thử một cấu tử kém ổn định hơn so với hệ hai cấu tử, thường chỉ có thời hạn sử dụng hai năm. Ưu điểm chính là chất chuẩn độ cung cấp lưu huỳnh đioxit và bazơ giúp cho phép chuẩn độ linh hoạt hơn và cung cấp dung lượng dung môi gần như vô hạn. Hệ thống dung môi một cấu tử có thể dễ dàng tùy chỉnh, tạo ra các hỗn hợp đặc biệt thích ứng với các đặc tính mẫu cụ thể. Hỗn hợp dung môi phổ biến bao gồm ethanol, chloroform, xylene, toluene, và các alcohol mạch dài như hexanol và decanol.

8.4.1.2. HỆ THUỐC THỬ HAI CẤU TỬ

Thuốc thử hai cấu tử có những ưu điểm riêng. Chúng ổn định hơn và có thời hạn sử dụng lâu hơn. Lưu huỳnh đioxit được trộn trước với một lượng dư dung môi gốc alcohol, do đó các este sulfite cần thiết có mặt trước khi bắt đầu chuẩn độ. Điều này dẫn đến tốc độ chuẩn độ cao hơn và độ chính xác cao hơn đối với mẫu chứa ít nước. Ngoài ra, bazơ có trong dung môi trước khi thêm mẫu giúp đệm năng của dung môi cao hơn.

8.4.1.3. THUỐC THỬ CHO ALDEHYDE VÀ KETONE

Việc thêm mẫu chứa aldehyde hoặc ketone vào dung môi Karl Fischer gốc methanol dẫn đến các phản ứng phụ ảnh hưởng xấu đến kết quả chuẩn độ. Khi alcohol phản ứng với

nhóm cacbonyl của aldehyde và ketone, chúng tạo thành acetal và ketal thông qua phản ứng giải phóng nước. Việc tạo ra nước trong quá trình chuẩn độ sẽ làm sai lệch kết quả, có thể dẫn đến điểm cuối bị biến mất. Trong khi ketone ít phản ứng hơn aldehyde, khả năng phản ứng của cả hai loại đều tỷ lệ nghịch với độ dài chuỗi cacbonyl. Sự tạo thành acetal và ketal cũng phụ thuộc vào loại alcohol có trong dung môi. Khi chiều dài chuỗi của một anky alcohol hoặc nhóm alkyl được thế tăng lên, khả năng phản ứng của alcohol đối với ketone và aldehyde giảm (tức là methanol là phản ứng mạnh nhất). Có thể ngăn chặn sự hình thành acetal hoặc ketal bằng cách sử dụng thuốc thử không chứa metanol. Nên thay thế metanol bằng alcohol nhiều C hơn, ether, alkane halogen hoặc sự kết hợp tương tự.

8.4.2. CHỌN VÀ THAY ĐỔI DUNG MÔI

Dung môi đóng vai trò quan trọng trong quá trình chuẩn độ KF. Nó phải phản ứng với sulfur dioxide để tạo thành loại methyl sulfite, hòa tan mẫu và/hoặc chiết xuất nước, và nó sẽ giúp ngăn ngừa các phản ứng phụ xảy ra. Dung môi phổ biến nhất là methanol. Có thể sử dụng hỗn hợp dung môi để tăng khả năng hòa tan của mẫu trong dung môi một cấu tử, miễn là hỗn hợp chứa ít nhất 20 - 30% methanol. Trong hệ thống thuốc thử hai cấu tử, có thể sử dụng 50% dung môi cho hệ hai cấu tử và 50% hỗn hợp dung môi. Điều này đảm bảo rằng có đủ lưu huỳnh đioxit và bazơ để phản ứng Karl Fischer diễn ra. Nói chung, nên chọn dung môi phù hợp với thành phần mẫu.

Chất béo, dầu và hydrocacbon mạch dài có khả năng hòa tan hạn chế trong methanol. Nên sử dụng co-solvent của rượu mạch dài (n-decanol) hoặc chloroform. Carbohydrate và protein có khả năng hòa tan kém trong methanol, formamide có thể được sử dụng làm co-solvent. Chuẩn độ axit hoặc bazơ có thể làm pH vượt khỏi phạm vi tối ưu và có thể cần thêm dung dịch đệm. Có thể thêm vào dung môi thuốc thử KF 'Buffer' thương mại hoặc imidazole cho các mẫu axit và axit salicylic đối với các mẫu cơ bản. Để phân tích ketone hoặc aldehyde, methanol có thể được thay thế bằng thuốc thử "K" đặc biệt có chứa hỗn hợp bao gồm 2-chloroethanol, chloroform, ethanol hoặc 1-methoxy-2-propanol.

8.4.3. WATER STANDARDS (DUNG DỊCH CHUẨN)

Dung dịch chuẩn được sử dụng để chuẩn hóa chất chuẩn độ và để xác minh hiệu suất của máy chuẩn độ và kỹ thuật của người phân tích. Dung dịch chuẩn là một phần không thể thiếu của ISO 9000, GMP, GLP và hướng dẫn của FDA về xác định nước.

Dung dịch chuẩn được sử dụng phổ biến nhất là sodium tartrate dihydrate. Có dạng bột tinh khiết cao, không hút ẩm, có hàm lượng nước ổn định là $15.66 \pm 0.05\%$. Tuy nhiên, hợp chất này ít hòa tan trong methanol, cần ít nhất 3 phút khuấy để hòa tan hoàn toàn.

Nếu yêu cầu độ chính xác cao hoặc khả năng truy xuất nguồn gốc NIST, dung dịch chuẩn được niêm phong trong ống thủy tinh cũng có sẵn trên thị trường. Chúng đã được nhà sản xuất phân tích trước kèm theo chứng nhận và có sẵn ở nhiều nồng độ.

Người dùng có kinh nghiệm cũng có thể sử dụng lượng nước khử ion rất nhỏ làm chất chuẩn. Do tính chất rất nhạy cảm với nước của phép chuẩn độ Karl Fischer, chỉ cần một vài miligam nước cho quá trình chuẩn hóa.

8.4.4. STANDARDIZING THE TITRANT (CHUẨN HÓA CHẤT CHUẨN)

Chuẩn hóa chất chuẩn độ, hoặc xác định nồng độ, là một phần thường xuyên và cần thiết để các phân tích Karl Fischer chính xác. Chất chuẩn độ phải được chuẩn hàng ngày để có độ chính xác cao nhất. Khuyến cáo rằng chất chuẩn độ được chuẩn hóa lại nếu phương pháp được sử dụng để phân tích rất khác với phương pháp được sử dụng để chuẩn hóa chất chuẩn độ ban đầu. Chất chuẩn độ có thể được chuẩn hóa bằng cách sử dụng muối ngậm nước, dung dịch chuẩn hoặc một lượng nhỏ nước tinh khiết.

Quy trình chung để chuẩn hóa chất chuẩn độ được trình bày chi tiết dưới đây:

- Cài đặt máy chuẩn độ theo hướng dẫn sử dụng. Đảm bảo máy chuẩn độ được thiết lập với cùng thuốc thử, dung môi, điều kiện làm việc, nhiệt độ và cài đặt máy chuẩn độ sẽ được sử dụng cho các phân tích mẫu tiếp theo.
- Chọn phương pháp chuẩn hóa thích hợp đi kèm với **HI933**
Nếu sử dụng Chuẩn Sodium Tartrate Dihydrate
- Cân từ 30 đến 200 mg chất chuẩn. Đảm bảo rằng muối được bảo quản đúng cách và tồn tại dưới dạng bột mịn, chảy tự do.
- Lặp lại quá trình chuẩn hóa ít nhất ba lần và cập nhật nồng độ chất chuẩn độ bằng cách sử dụng giá trị kết quả trung bình thông qua màn hình thống kê nếu sự thay đổi giữa các lần nhỏ.

Nếu sử dụng Prepared Liquid Water Standard (Ampule):

- Mở ống chứa chất chuẩn ra. Rửa sạch xy lanh bằng một phần nhỏ chất chuẩn.
- Hút phần còn lại của chất chuẩn vào xy lanh, cân và chuẩn độ khoảng một phần ba chất chuẩn trong xy lanh.
- Tiến hành hai lần chuẩn hóa nữa với chất chuẩn còn lại trong xy lanh.
- Xem lại tập hợp kết quả trên màn hình thống kê "Average results". Nồng độ chất chuẩn độ phải được cập nhật với các kết quả trung bình miễn là không có sự khác biệt quá mức giữa các kết quả chuẩn hóa.

Nếu sử dụng chất chuẩn nước tinh khiết:

- Hút khoảng 10 µL nước tinh khiết vào một micro xy lanh thủy tinh.
- Sử dụng cân phân tích có độ phân giải 0.01 mg để thêm chất chuẩn. Do kích thước mẫu cực kỳ nhỏ, điều quan trọng là phải tuân thủ nghiêm ngặt quy trình bổ sung mẫu chất lỏng được nêu trong phần "Mẫu lỏng" ở trên.
- Xem lại tập hợp kết quả trên màn hình thống kê "Average results". Nồng độ chất chuẩn độ phải được cập nhật với các kết quả trung bình miễn là không có sự khác biệt quá mức giữa các kết quả chuẩn hóa.

9. PHỤ KIỆN

9.1. CHẤT CHUẨN

9.1.4.3.1. CHẤT CHUẨN MỘT CẤU TỬ

Honeywell®	HYDRANAL™ - Composite 1 (Catalog Number 34827) HYDRANAL™ - Composite 2 (Catalog Number 34806) HYDRANAL™ - Composite 5 (Catalog Number 34805) HYDRANAL™ - Composite 5 K (Catalog Number 34816)
GFS Chemicals®	Watermark® - Single Solution, 2 mg/mL (Catalog Number 1601) Watermark® - Non-Hazardous Single Solution, 2 mg/mL (Catalog Number 1894) Watermark® - Single Solution, 5 mg/mL (Catalog Number 1600) Watermark® - Non-Hazardous Single Solution, 5 mg/mL (Catalog Number 1893) Watermark® - Methanol Based, 5 mg/mL (Catalog Number 1616)
J.T. Baker®	Hydra-Point™ - Composite 2 (Catalog Number 8891) Hydra-Point™ - Composite 5 (Catalog Number 8890) Hydra-Point™ - Composite 5K (Catalog Number 8892)

9.1.4.3.2. CHẤT CHUẨN HAI CẤU TỬ

Honeywell®	HYDRANAL™ - Titrant 2 (Catalog Number 34811) HYDRANAL™ - Titrant 2 E (Catalog Number 34723) HYDRANAL™ - Titrant 5 (Catalog Number 34801) HYDRANAL™ - Titrant 5 E (Catalog Number 34732)
GFS Chemicals®	Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 0.5 mg/mL (Catalog Number 1970) Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 1 mg/mL (Catalog Number 1602) Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 2 mg/mL (Catalog Number 1603) Watermark® - Non-hygroscopic Titrant, 5 mg/mL (Catalog Number 1604)
J.T. Baker®	Hydra-Point™ - Composite 2 (Catalog Number 8845) Hydra-Point™ - Composite 5 (Catalog Number 8844)

9.2. DUNG MÔI

9.2.4.3.1. DUNG MÔI MỘT CẤU TỬ

Honeywell®	HYDRANAL™ - Methanol Dry (Catalog Number 34741) HYDRANAL™ - Methanol Rapid (Catalog Number 37817) HYDRANAL™ - CompoSolver E (Catalog Number 34734) HYDRANAL™ - Solver (Crude) Oil (Catalog Number 34697) HYDRANAL™ - LipoSolver CM (Catalog Number 37855) HYDRANAL™ - LipoSolver MH (Catalog Number 37856) HYDRANAL™ - Medium K (Catalog Number 34698)
------------	--

HYDRANAL™ - KetoSolver (Catalog Number 34738)

HYDRANAL™ - Working Medium K (Catalog Number 34817)

HYDRANAL™ - Karl Fischer Reagent (Catalog Number 36115)

- GFS Chemicals® Watermark® - General Purpose Solvent (Catalog Number 1610)
 Watermark® - Methanol Solvent (Catalog Number 1609)
 Watermark® - Ketone/Aldehyde Solvent (Catalog Number 5322)
 Watermark® - Oils Solvent (Catalog Number 2978)
 Watermark® - Methyl Alcohol - KF Grade (Catalog Number 3569)
- J T Baker® Hydra-Point™ - Methanol Dry (Catalog Number 8898)w

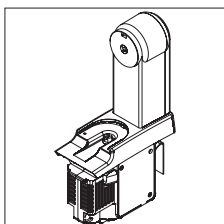
9.2.4.3.2. DUNG MÔI HAI CẤU TỬ

- Honeywell HYDRANAL™ - Solvent (Catalog Number 34800)
 HYDRANAL™ - Solvent E (Catalog Number 34730)
 HYDRANAL™ - Solvent CM (Catalog Number 34812)
 HYDRANAL™ - Solvent Oil (Catalog Number 34749)
- GFS Chemicals® Watermark® - General Purpose Solvent (Catalog Number 1610)
 Watermark® - Methanol Free Solvent (Catalog Number 1609)
 Watermark® - Buffer (Catalog Number 1615)
 Watermark® - KF Solvent for Oil (Catalog Number 2991)
- J.T. Baker® Hydra-Point™ - Solvent G (Catalog Number 8855)

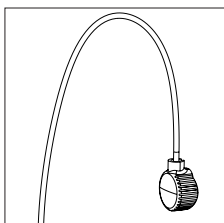
9.3. CHẤT CHUẨN

- Honeywell® HYDRANAL™ - Standard Sodium Tartrate Dihydrate (Catalog Number 34696)
 HYDRANAL™ - Water Standard 10.0 (Catalog Number 34849)
 HYDRANAL™ - Water Standard 1.0 (Catalog Number 34828)
 HYDRANAL™ - Water Standard 0.1 (Catalog Number 34847)
- GFS Chemicals® Watermark® - Sodium Tartrate (Catalog Number 805)
 Watermark® - 10 mg/g (Catalog Number 2303)
 Watermark® - 5.00 mg/g (Catalog Number 2304)
 Watermark® - 1.00 mg/g (Catalog Number 2302)
 Watermark® - 0.50 mg/g (Catalog Number 3493)
 Watermark® - 0.100 mg/g (Catalog Number 2301)
 Watermark® - 0.050 mg/g (Catalog Number 2311)

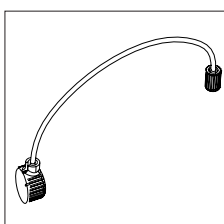
9.4. LINH KIỆN MÁY CHUẨN ĐỘ



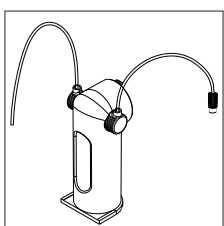
Bơm
HI930100



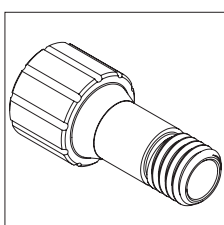
Ống hút
HI900570S



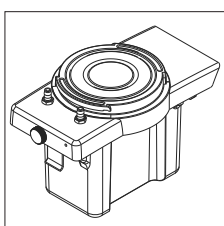
Ống xả và phụ kiện
HI900580S



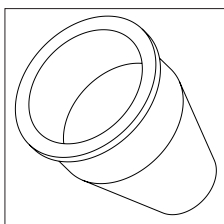
Burette 5 mL
HI930505



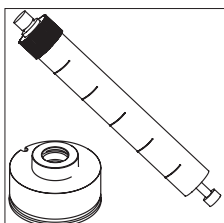
Dụng cụ mở Burette
HI900942



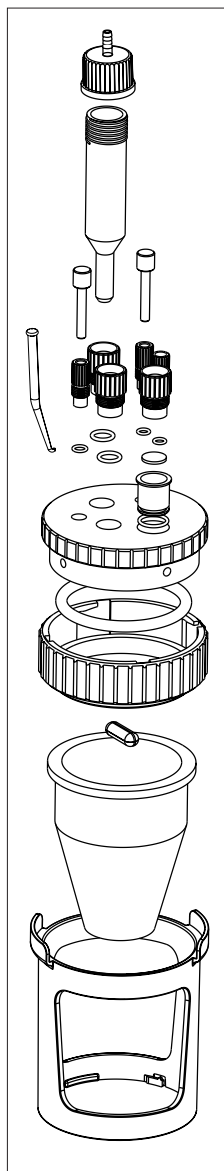
Bơm không khí
và máy khuấy từ
HI933/HI934
HI930180



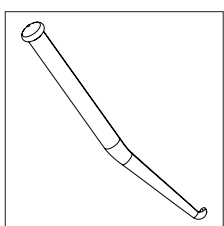
Bình chuẩn độ cho
HI903/HI933
HI900522



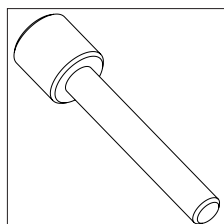
Ống tiêm 5 mL
HI900205



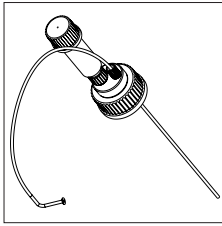
Bộ lắp ráp bình chuẩn độ
HI930520



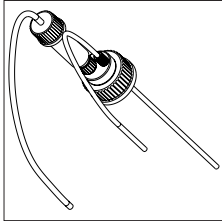
Đầu ống xả (2 cái.)
HI900523



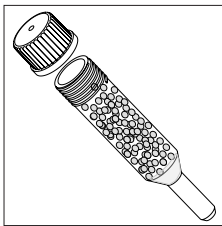
Phích cắm cổng dung môi
(2 cái)
HI900528



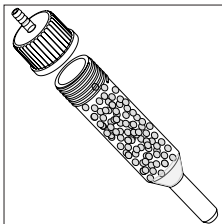
Nắp chai chuẩn độ
HI900530



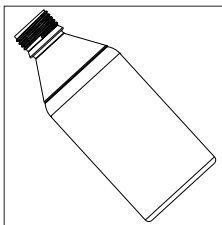
Nắp chai dung
môi/chất thải
HI900531



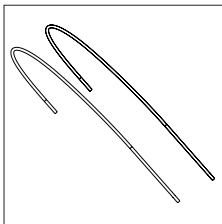
Hút ẩm cho cốc
hoặc chai chuẩn độ
HI900532



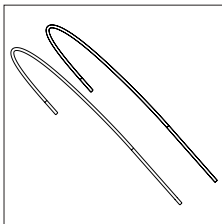
Hút ẩm cho dung
môi hoặc chai chất
thải **HI900533**



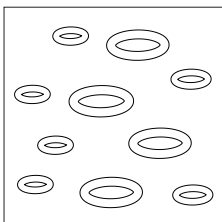
Chai chứa chất thải
HI900534



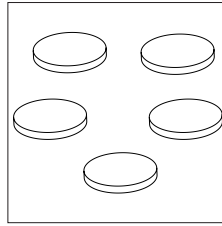
Ống xử lý dung
môi/chất thải
(2 cái.)
HI900535



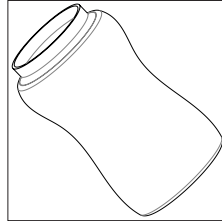
Ống cho bơm không
khí (2 cái.)
HI900536



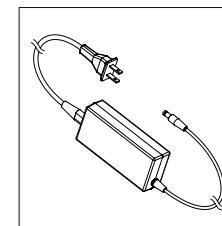
Bộ vòng chữ O
HI900540



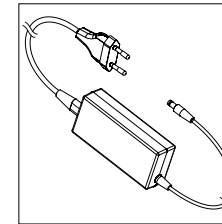
Màng (5 cái)
HI900527



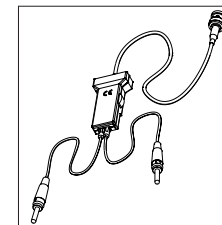
Chất hút ẩm, 250 g
HI900550



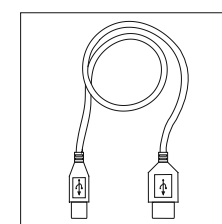
Adapter nguồn
(Phích USA)
HI900946



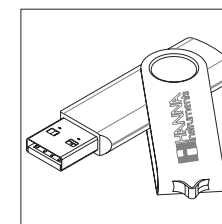
Adapter nguồn
(Phích EU)
HI900947



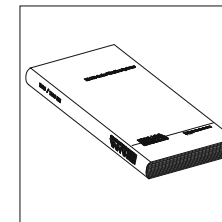
Khóa hiệu chuẩn
HI900941



Cáp USB
HI920013



USB
HI930900U



Hướng dẫn sử dụng
HI930803

PART 3:

ỨNG DỤNG



HI8001EN 5.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH WATER STANDARD

One-Component Titrant

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định nồng độ của thuốc thử 5.0 mg/mL one-component bằng Liquid Water Standard. Kết quả được hiển thị theo **mg/mL**.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- 10 mg/g Liquid water standard
- Dry methanol

PHỤ KIỆN

- Xy lanh 3 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* rồi nhấn .
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu chuẩn vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 1.00 g (khoảng 1 mL) mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh bơm mẫu vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Standardization Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **mg/mL**.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: 5mg/mL Stdz w/water std
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predispensing Amount: 25 %
 Pre-Analysis Stir Time: 5 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Standard: Liquid 10 mg/g
 Type: Liquid by mass
 Concentration Unit: mg/g
 Water Content: 10.0000 mg/g
 Standard Size: 1.0000 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 10.0000 mg/g
 Standard mass: 1.0000 g [w/w]

$$\text{mg/mL} = \frac{10.0000 \times 1.0000}{V}$$

KẾT QUẢ

Titration Report
 Method Name: 5mg/mL Stdz w/water std
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 1.0000 g
 Standard Conc.: 10.0000 mg/g
 Drift Value: 5.4 µg/min
 End Point Volume: 2.0341 mL
 Result: 4.9276 mg/mL
 Titration Duration: 4:19 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 55.88 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8002EN 2.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH WATER STANDARD

One-Component Titrant

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định nồng độ của thuốc thử 2.0 mg/mL one-component bằng Liquid Water Standard. Kết quả được hiển thị theo **mg/mL**.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 2 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- 1 mg/g Liquid water standard
- Dry methanol

PHỤ KIỆN

- Xy lanh 3 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8002EN 2mg/mL Stdz w/water std* rồi nhấn .
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn để loại bỏ ảm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ảm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu chuẩn vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 2.00 g (khoảng 2mL) mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh bơm mẫu vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Standardization Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **mg/mL**.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: 2mg/mL Stdz w/water std
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predispensing Amount: 25 %
 Pre-analysis Stir Time: 5 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Standard: Liquid 1.0 mg/g
 Type: Liquid by mass
 Concentration Unit: mg/g
 Water Content: 1.0000 mg/g
 Standard Size: 2.0000 g
 Titrant: Composite 2
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 2.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 1.000 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 1.0000 mg/g
 Standard mass: 2.0000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{1.0000 \times 2.0000}{V}$$

KẾT QUẢ

Method Name: 2mg/mL Stdz w/water std
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 2.0000 g
 Standard Conc.: 1.0000 mg/g
 Drift Value: 5.0 µg/min
 End Point Volume: 1.0496 mL
 Result: 1.9103 mg/mL
 Titration Duration: 5:10 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 60.11 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8003EN 1.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH WATER STANDARD

One-Component Titrant

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định nồng độ của thuốc thử 1.0 mg/mL one-component bằng Liquid Water Standard. Kết quả được hiển thị theo **mg/mL**.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 1 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- 1 mg/g Liquid Water Standard
- Dry methanol

PHỤ KIỆN

- Xy lanh 3 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8003EN 1mg/mL Stdz w/water std* rồi nhấn .
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL).
- Nhấn để loại bỏ ảm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ảm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu chuẩn vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 2.00 g (khoảng 2mL) mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh bơm mẫu vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Standardization Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **mg/mL**.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: 1mg/mL Stdz w/water std
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predispensing Amount: 25 %
 Pre-analysis Stir Time: 5 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Standard: Liquid 1.0 mg/g
 Type: Liquid by mass
 Concentration Unit: mg/g
 Water Content: 1.0000 mg/g
 Standard Size: 2.0000 g
 Titrant: Composite 1
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 2.000 µL
 Maximum Dose: 40.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 1.0000 mg/g
 Standard mass: 2.0000 g

$$\text{mg/mL} = \frac{1.0000 \times 2.0000}{V}$$

KẾT QUẢ

Method Name: 1mg/mL Stdz w/water std
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 2.0000 g
 Standard Conc.: 1.0000 mg/g
 Drift Value: 5.0 µg/min
 End Point Volume: 1.8528 mL
 Result: 1.0824 mg/mL
 Titration Duration: 5:30 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 64.20 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8011EN 5.0 mg/mL TITRANT STANDARDIZATION WITH DISODIUM TARTRATE

One-Component Titrant

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định nồng độ của thuốc thử 5.0 mg/mL one-component bằng Disodium Tartrate Dihydrate. Kết quả được hiển thị theo **mg/mL**.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Disodium Tartrate Dihydrate, 15.66% H₂O (w/w)
- Dry methanol
- Dry formamide




PHỤ KIỆN

- Thuyền cân (sạch và khô)
- Bình dung môi, GL45



CHUẨN BỊ DUNG MÔI

- Chuẩn bị ít nhất 200mL dung môi. Pha dry methanol và dry formamide theo tỉ lệ 2:1.

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate* rồi nhấn .
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL).
- Nhấn  để loại bỏ ảm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ảm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Thêm 0.050 g đến 0.100 g vào thuyền cân.
- Cân tartrate và thuyền cân.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Tháo nắp phía trên cốc chuẩn độ, cho tartrate vào rồi đóng nắp lại.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Cân thuyền cân lại 1 lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào (bằng chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn  để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Standardization Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **mg/mL**.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: 5mg/mL Stdz w/tartrate
 Method Revision: 1.1
 Type: Titrant Standardization
 Predispensing Amount: 15 %
 Pre-analysis Stir Time: 30 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: MeOH Form. 2:1
 Standard: Sodium Tartrate
 Type: Solid by mass
 Concentration Unit: %
 Water Content: 15.66 %
 Standard Size: 0.1000 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 2.000 µL
 Maximum Dose: 40.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 1200 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 7.0 µg/min
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final Results Units: mg/mL
 Standard Concentration: 15.66 %
 Standard mass: 0.1000 g[W/W]

$$\text{mg/mL} = \frac{0.1000 \times 0.1566 \times 1000}{V}$$

KẾT QUẢ

Method Name: 5mg/mL Stdz w/tartrate
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Standard Size: 0.1000 g
 Standard Conc.: 15.66 %
 Drift Value: 4.0 µg/min
 End Point Volume: 3.1333 mL
 Result: 5.0329 mg/mL
 Titration Duration: 8:48 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 69.26 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8101EN MOISTURE DETERMINATION IN DAIRY CREAM

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của kem thực phẩm. Kết quả được hiển thị theo **% mass** và thường trong khoảng 70 - 80 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol
- Dry chloroform
- Dry formamide




PHỤ KIỆN

- Xy lanh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ DUNG MÔI



- Chuẩn bị ít nhất 200mL dung môi. Theo tỉ lệ 2 phần dry chloroform, 2 phần dry methanol và 1 phần dry formamide.

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8101EN Moisture in Dairy Cream* rồi nhấn .
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL).
- Nhấn  để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std hoặc HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu chuẩn vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.020 g - 0.025 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn  để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **% mass**.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Moisture in Dairy Cream
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 30 %
 Pre-analysis Stir Time: 30 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Cream Solvent
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Dairy Cream
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0250 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 30.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 15.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0250 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.025 \times 10}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Moisture in Dairy Cream
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0241 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 4.7 µg/min
 End Point Volume: 3.4567 mL
 Result: 71.5481 %
 Titration Duration: 8:36 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 65.72 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8102EN MOISTURE DETERMINATION IN MILK

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của sữa. Kết quả được hiển thị theo **% mass** và thường trong khoảng 80 - 95 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol

PHỤ KIỆN

- Xy lanh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8102EN Moisture in Milk* rồi nhấn .
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8001EN *5mg/mL Stdz w/water std* hoặc HI8011EN *5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu chuẩn vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.015 g - 0.020 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **% mass**.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Moisture in Milk
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 30 %
 Pre-analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Milk
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0200 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 40.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 15.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.0200 \times 10}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Moisture in Milk
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0188 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 4.5 µg/min
 End Point Volume: 3.2614 mL
 Result: 86.5886 %
 Titration Duration: 6:18 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 60.03 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8103EN MOISTURE DETERMINATION IN HONEY

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của mật ong. Kết quả được hiển thị theo **% mass** và thường trong khoảng 15 - 20 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320




THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol



PHỤ KIỆN

- Xy lanh 1 mL (sạch và khô)
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8103EN Moisture in Honey* rồi nhấn .
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8001EN *5mg/mL Stdz w/water std* hoặc HI8011EN *5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50ml)
- Nhấn  để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu chuẩn vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Tháo nắp phía trên cốc chuẩn độ, cho 0.050 g - 0.100 g (tương đương 2-3 giọt) mẫu vào rồi đóng nhanh nắp lại.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn  để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **% mass**.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Moisture in Honey
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-analysis Stir Time: 60 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol

Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Honey
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.1000 g

Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.1000 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.1000 \times 10}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Moisture in Honey
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0916 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 3.8 µg/min
 End Point Volume: 3.4523 mL
 Result: 17.2345 %
 Titration Duration: 7:06 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 57.16 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8104EN SURFACE MOISTURE DETERMINATION ON WHITE SUGAR

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm trên bề mặt của đường trắng. Kết quả được hiển thị theo ppm và thường trong khoảng 250 - 350 ppm.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 1 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol
- Dry chloroform

PHỤ KIỆN

- Thuyền cân (sạch và khô)
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ DUNG MÔI

- Chuẩn bị ít nhất 200mL dung môi. Theo tỉ lệ 2 phần dry chloroform và 1 phần dry methanol.

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn HI8104EN Surface Moisture - Sugar rồi nhấn .
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8003EN 1mg/mL Stdz w/water std.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL).
- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Cho khoảng 7.5 - 10.0 g mẫu vào thuyền cân.
- Cân mẫu và thuyền cân.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Tháo nắp phía trên cốc chuẩn độ, cho mẫu vào rồi đóng nắp lại.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Cân thuyền cân lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào (bằng hiệu số giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo ppm.
- Thay dung môi mới sau 2, 3 lần chuẩn độ.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Surface Moisture - Sugar
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-analysis Stir Time: 120 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: CHCl3 MeOH 2:1
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Sugar
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 7.5000 g
 Titrant: Composite 1
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 1.000 µL
 Maximum Dose: 30.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 20.0 µg/min
 Result Unit: ppm
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Công thức tính toán:
 Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: ppm
 Titrant concentration: 1.0000 mg/mL
 Sample mass: 7.5000 g

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{7.500}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Surface Moisture-Sugar
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 7.5231 g
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Drift Value: 5.7 µg/min
 End Point Volume: 2.4292 mL
 Result: 319 ppm
 Titration Duration: 4:42 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 62.4 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8105EN MOISTURE DETERMINATION IN COOKING OIL

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của cooking oil. Kết quả được hiển thị theo ppm và thường trong khoảng 200 - 800 ppm.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 1 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol
- Dry chloroform




PHỤ KIỆN

- Xy lanh 25 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm khổ 18, dài 6"
- Bình dung môi, GL45



CHUẨN BỊ DUNG MÔI

- Chuẩn bị ít nhất 200mL dung môi. Pha theo tỉ lệ 1 phần dry chloroform và 1 phần dry methanol.

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn HI8105EN Moisture in Cooking Oil rồi nhấn .
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8003EN 1mg/mL Stdz w/water std.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL).
- Nhấn  để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 3.0 g - 5.0 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn  để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo ppm.
- Thay dung môi mới sau 3, 4 lần chuẩn độ hoặc khi thấy hiện tượng tách pha.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Moisture in Cooking Oil
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: CHCl₃ MeOH 1:1
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Oil
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 4.0000 g
 Titrant: Composite 1
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Cautious
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 1.000 µL
 Maximum Dose: 30.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: ppm
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Công thức tính toán:
 Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: ppm
 Titrant concentration: 1.0000 mg/mL
 Sample mass: 4.0000 g

$$\text{ppm} = \frac{V \times 1.0000 \times 1000}{4.0000}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Moisture in Cooking Oil
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 4.0296 g
 Std. Titrant Conc.: 1.0000 mg/mL
 Drift Value: 3.4 µg/min
 End Point Volume: 2.6808 mL
 Result: 664 ppm
 Titration Duration: 6:30 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 58.11 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8106EN MOISTURE DETERMINATION IN BUTTER

By External Dissolution

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của bơ bằng phương pháp external dissolution. Kết quả được hiển thị theo % mass và thường trong khoảng 15 -20 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol
- Dry chloroform

PHỤ KIỆN

- Xy lạnh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45
- Bình 100 mL và nắp có màng chận
- Khuấy từ

QUY TRÌNH CHUẨN BỊ MẪU

- Cho cá từ vào bình 100mL và cân.
- Cho 15 g dry methanol và 25 g dry chloroform vào chai và khuấy 15 - 20 phút.
- Làm theo hướng dẫn trong phương pháp *HI8301EN Solvent w/ 5 mg/mL 1-comp.* để xác định độ ẩm trong dung môi.
- Nhập giá trị độ ẩm của dung môi vào máy bằng cách nhấn , chọn Sample Parameters, External Solvent Concentration. Sau khi nhập xong, nhấn hoặc .
- Cân chai dung môi lần nữa để xác định khối lượng của dung môi (bằng hiệu 2 lần cân). Vào Sample Parameters, External Solvent Size. Nhập khối lượng của dung môi rồi nhấn hoặc .
- Cho 2.0 đến 4.0 g bơ vào chai. Cân chai để xác định chính xác lượng bơ

đã cho vào. Vào Sample Parameters, Dissolved Sample Size, nhập khối lượng bơ đã thêm vào rồi nhấn hoặc .

- Đóng nắp lại và khuấy trộn hỗn hợp trong 20 đến 30 phút để mẫu tan hoàn toàn trong dung môi.


Lưu ý: Chuẩn độ ngay sau khi chuẩn bị mẫu xong.

CHUẨN BỊ MÁY


- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn HI8106EN Moisture in Butter rồi nhấn .
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Để xác định nồng độ của thuốc thử làm hướng dẫn trong phương pháp *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* hoặc *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.
- Ngưng khuấy chai chứa mẫu và để các chất rắn còn lại lắng xuống.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu vào xy lạnh qua bằng cách đâm kim tiêm qua màng chận trên chai chứa mẫu.
- Cân xy lạnh có chứa mẫu.

- Nhấn  Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.500 g - 1.000 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn. .
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên

kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.

- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lạnh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn  để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình Result sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo %.
- Thay dung môi sau 10 - 12 lần đo.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Moisture in Butter
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: None
 Pre-analysis Stir Time: 10 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: External Dissolution
 Sample Name: Butter
 Sample Size: 0.7500 g
 External Solvent Size: 40.0000 g
 External Solvent Conc.: 0.0100 %
 Extracted Sample Size: 3.0000 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 40.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 720 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 15.0 µg/min
 Result Unit: %

Significant Figures XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 External Solvent Size: 40.0000 g
 External Solvent Conc.: 0.0100 %
 Extracted Sample Size: 3.0000 g
 Sample mass: 0.7500 g

$$\% \text{Mass} = \frac{40.000}{3.000} \times \frac{\left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right) - 0.0100}{100 - \left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right)} \times 100$$

KẾT QUẢ

Method Name: Moisture in Butter
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.7841 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 4.6 µg/min
 End Point Volume: 2.4497 mL
 External Solvent Size: 38.4979 g
 External Solvent Conc.: 0.0167 %
 Extracted Sample Size: 3.1222 g
 Result: 19.3903 %
 Titration Duration: 6:54 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 61.0 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8107EN MOISTURE DETERMINATION IN MARGARINE

By External Dissolution

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của bơ thực vật bằng external dissolution. Kết quả được hiển thị theo % mass và thường trong khoảng 15 - 30 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol
- Dry chloroform

PHỤ KIỆN

- Xy lạnh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45
- Bình 100 mL và nắp có màng chận
- Khuấy từ

QUY TRÌNH CHUẨN BỊ MẪU

- Cho cá từ vào bình 100mL và cân.
- Cho 20 g dry methanol và 20 g dry chloroform vào chai và khuấy 15 - 20 phút.
- Làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8301EN Solvent w/ 5 mg/mL 1-comp. để xác định độ ẩm của dung môi.
- Nhập giá trị độ ẩm của dung môi vào máy bằng cách nhấn chọn Sample Parameters, External Solvent Concentration. Sau khi nhập xong, nhấn hoặc .
- Cân chai dung môi lần nữa để xác định khối lượng của dung môi (bằng hiệu 2 lần cân). Vào Sample Parameters, External Solvent Size. Nhập khối lượng của dung môi rồi nhấn hoặc .
- Thêm 2.0 - 4.0 g bơ thực vật vào chai. Cân chai để xác định chính xác

lượng bơ đã cho vào. Vào Sample Parameters, Dissoluted Sample Size, nhập khối lượng bơ đã thêm vào rồi nhấn hoặc .

- Đóng nắp lại và khuấy trộn hỗn hợp trong 20 đến 30 phút để mẫu tan hoàn toàn trong dung môi.



Lưu ý: Chuẩn độ ngay sau khi chuẩn bị mẫu xong.

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn HI8107EN Moisture in Margarine rồi nhấn .
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std hoặc HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.
- Ngưng khuấy chai chứa mẫu và để các chất rắn còn lại lắng xuống.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu vào xy lạnh qua bằng cách đâm kim tiêm qua màng chận trên chai chứa mẫu.
- Cân xy lạnh có chứa mẫu.

- Nhấn  Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.500 g - 1.000 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lạnh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn  để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình Result sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **% mass**.
- Thay dung môi sau 12 - 16 lần đo.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

```
Name: Moisture in Margarine
Method Revision: 1.1
Type: Sample Analysis
Predispensing Amount: None
Pre-analysis Stir Time: 10 Sec
Stirring Speed: 900 RPM
Stirbar Type: Medium
Drift Entry: Automatic
Solvent: Methanol
Sample Parameters:
  Sample Determ.: External Extraction
  Sample Name: Margarine
  Sample Size: 0.7500 g
  External Solvent Size: 40.0000 g
  External Solvent Conc.: 0.0100 %
  Extracted Sample Size: 3.0000 g
Titrant: Composite 5
  Titrant Type: one-component
  Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
  Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
  Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
  Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
Control Parameters:
  Start Mode: Normal
  Standby Mode: Enabled
  Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
  Imposed Current: 20 µA
  Minimum Dose: 1.00 µL
  Maximum Dose: 50.000 µL
  Max Dosing Mode: Disabled
  Timed Increment: 1 second
  End Point Value: 180.0 mV
  Signal Averaging: 3 Readings
  Flow Rate: 10.0 mL/min
Termination Parameters:
  Maximum Duration: 720 sec
  Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
  Term. Criterion: Relative Drift
  Relative Drift: 15.0 µg/min
Result Unit: %
```

Significant Figures XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

```
Titrant units: mg/mL
Titrant volume consumed: V (mL)
Final results units: % Mass
Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 3.0000 g
Sample mass: 0.7500 g
```

$$\% \text{Mass} = \frac{40.000}{1.000} \times \frac{\left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right) - 0.0100}{100 - \left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right)} \times 100$$

KẾT QUẢ

```
Method Name: Moisture in Margarine
Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
Sample Size: 0.7402 g
Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Drift Value: 4.1 µg/min
End Point Volume: 3.1402 mL
External Solvent Size: 39.9262 g
External Solvent Conc.: 0.0141 %
Extracted Sample Size: 3.1118 g
Result: 27.6339 %
Titration Duration: 5:30 [mm:ss]
Estimated Cell Volume: 64.4 mL
Titration went to Completion
Operator Name:
Analyst Signature: _____
```

HI8108EN MOISTURE DETERMINATION IN MAYONNAISE

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của Mayonnaise bằng external extraction. Kết quả được hiển thị theo **% mass** và thường trong khoảng 40 - 60 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320






THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol

PHỤ KIỆN

- Xy lạnh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm loại 22, dài 6'.
- Bình dung môi, GL45
- Bình 100 mL và nắp có màng chặn
- Khuấy từ

QUY TRÌNH CHUẨN BỊ MẪU




- Cho cá từ vào bình 100mL và cân.
- Cho 40 g dry methanol vào chai và khuấy 5 phút.
- Làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8301EN Solvent w/ 5 mg/mL 1-comp. để xác định độ ẩm của dung môi.
- Nhập giá trị độ ẩm của dung môi vào máy bằng cách nhấn  chọn Sample Parameters, External Solvent Concentration. Sau khi nhập xong, nhấn  hoặc .
- Cân chai dung môi lần nữa để xác định khối lượng của dung môi (bằng hiệu 2 lần cân). Vào Sample Parameters, External Solvent Size. Nhập khối lượng của dung môi rồi nhấn  hoặc .
- Thêm 0.8 - 1.2 g mayonnaise vào chai. Cân chai để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào. Vào Sample Parameters, Dissoluted Sample Size,

nhập khối lượng bơ đã thêm vào rồi nhấn  hoặc .


- Đóng nắp lại và khuấy trộn hỗn hợp trong 20 đến 30 phút để mẫu tan hoàn toàn trong dung môi.

Lưu ý: Chuẩn độ ngay sau khi chuẩn bị mẫu xong.

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn HI8108EN Moisture in Mayonnaise rồi nhấn .
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std hoặc HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn  để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.
- Ngưng khuấy chai chứa mẫu và để các chất rắn còn lại lắng xuống.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu vào xy lạnh qua bằng cách đâm kim tiêm qua màng chặn trên chai chứa mẫu.
- Cân xy lạnh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.500 g - 1.000 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.

- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lạnh lại một lần nữa để xác định

chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).

- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình Result sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **% mass**.
- Thay dung môi sau 12 - 16 lần đo.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

```
Name: Moisture in Mayonnaise
Method Revision: 1.1
Type: Sample Analysis
Predispensing Amount: None
Pre-analysis Stir Time: 10 Sec
Stirring Speed: 900 RPM
Stirbar Type: Medium
Drift Entry: Automatic
Solvent: Methanol
Sample Parameters:
  Sample Determ.: External Extraction
  Sample Name: Mayonnaise
  Sample Size: 0.7500 g
  External Solvent Size: 40.0000 g
  External Solvent Conc.: 0.0100 %
  Extracted Sample Size: 1.0000 g
Titrant: Composite 5
Titrant Type: one-component
Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
Control Parameters:
  Start Mode: Normal
  Standby Mode: Enabled
  Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
  Imposed Current: 20 µA
  Minimum Dose: 0.500 µL
  Maximum Dose: 20.000 µL
  Max Dosing Mode: Disabled
  Timed Increment: 1 second
  End Point Value: 180.0 mV
  Signal Averaging: 3 Readings
  Flow Rate: 10.0 mL/min
Termination Parameters:
  Maximum Duration: 720 sec
  Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
  Term. Criterion: Relative Drift
  Relative Drift: 10.0 µg/min
Result Unit: %
Significant Figures: XXXXX
```

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

```
Titrant units: mg/mL
Titrant volume consumed: V (mL)
Final results units: % Mass
Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 1.0000 g
Sample mass: 0.7500 g
```

$$\% \text{Mass} = \frac{40.000}{3.000} \times \frac{\left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right) - 0.0100}{100 - \left(\frac{5.0000 \times V}{0.7500 \times 10} \right)} \times 100$$

KẾT QUẢ

```
Method Name: Moisture in Mayonnaise
Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
Sample Size: 0.7500 g
Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
Drift Value: 4.6 µg/min
End Point Volume: 2.2010 mL
External Solvent Size: 40.0000 g
External Solvent Conc.: 0.0100 %
Extracted Sample Size: 1.0000 g
Result: 58.9770 %
Titration Duration: 7:18 [mm:ss]
Estimated Cell Volume: 60.0 mL
Titration went to Completion
Operator Name:
Analyst Signature: _____
```

HI8201EN MOISTURE DETERMINATION IN SHAMPOO

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của dầu gội. Kết quả được hiển thị theo % **mass** và thường trong khoảng 70 - 90 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol

PHỤ KIỆN

- Xy lanh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm khổ 18, dài 6"
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8201EN Moisture in Shampoo* rồi nhấn
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* hoặc *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.015 g - 0.020 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo % mass.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Moisture in Shampoo
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 40 %
 Pre-analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol

Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Shampoo
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0200 g

Titration:
 Titration Type: one-component
 Nominal Titration Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titration Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titration Age Reminder: 2d:00h:00m

Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 μ A
 Minimum Dose: 0.500 μ L
 Maximum Dose: 20.000 μ L
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min

Termination Parameters:
 Maximum Duration: 600 sec
 Maximum Titration Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 μ g/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titration units: mg/mL
 Titration volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titration concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.020 \times 10}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Moisture in Shampoo
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0200 g
 Std. Titration Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 5.4 μ g/min
 End Point Volume: 3.2010 mL
 Result: 79.8207 %
 Titration Duration: 7:19 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 106.37 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8202EN MOISTURE DETERMINATION IN HAND CREAM

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của kem dưỡng da. Kết quả được hiển thị theo **% mass** và thường trong khoảng 50 - 75 %.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol
- Dry chloroform

PHỤ KIỆN

- Xy lanh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm khổ 18, dài 6"
- Bình dung môi, GL45

CHUẨN BỊ DUNG MÔI

- Chuẩn bị ít nhất 200mL dung môi. Tỷ lệ 2 phần dry chloroform và 1 phần dry methanol.

CHUẨN BỊ MÁY

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn HI8202EN Moisture in Hand Cream rồi nhấn .
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std hoặc HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL).

- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Hút mẫu vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa mẫu.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.020 g to 0.025 g mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo % mass.

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Moisture in Hand Cream
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predispensing Amount: 40 %
 Pre-analysis Stir Time: 15 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: CHCl3 MeOH 2:1
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Hand Cream
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 0.0200 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Normal
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.500 µL
 Maximum Dose: 20.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 900 sec
 Maximum Titrant Volume: 10.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 0.0200 g

$$\% \text{ Mass} = \frac{V \times 5.0000}{0.020 \times 10}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Moisture Hand Cream
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.0244 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 5.4 µg/min
 End Point Volume: 3.2915 mL
 Result: 67.3125 %
 Titration Duration: 6:48 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 53.47 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____

HI8301EN MOISTURE DETERMINATION IN SOLVENT WITH 5 mg/mL TITRANT (ONE-COMP.)

For External Dissolution or Extraction

MÔ TẢ

Phương pháp này dùng để xác định độ ẩm của extraction/dissolution solvent bằng thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric. Kết quả được hiển thị theo **% mass** và thường nhỏ hơn 0.1%.

ĐIỆN CỰC

- Điện cực Dual Platinum Pin HI76320

THUỐC THỬ

- Thuốc thử 5 mg/mL one-component Karl Fischer volumetric
- Dry methanol

PHỤ KIỆN

- Xy lanh 1 mL (sạch và khô)
- Kim tiêm khổ 18, dài 6"
- Bình dung môi, GL45

TITRATION PROCEDURE

- Kết nối bình dung môi vào nắp bình theo hướng dẫn sử dụng.
- Kết nối cốc chuẩn độ vào máy theo hướng dẫn sử dụng.
- Bơm thuốc thử vào burette. Nếu còn bọt bóng trong burette hoặc đường ống thì bơm xả tiếp 3 - 5 lần nữa để loại bỏ bọt khí.
- Nhấn , dùng phím mũi tên chọn *HI8301EN Solvent w/ 5mg/mL 1-comp* rồi nhấn .
- Để xác định nồng độ thuốc thử, làm theo hướng dẫn trong phương pháp *HI8001EN 5mg/mL Stdz w/water std* hoặc *HI8011EN 5mg/mL Stdz w/tartrate*.
- Thêm dung môi vào cốc chuẩn độ đến vạch "min" (khoảng 50mL)
- Nhấn để loại bỏ ẩm trong bình chuẩn độ và xác định dòng không khí ẩm đi vào hệ thống chuẩn độ.

TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

- Ngừng khuấy dung môi.
- Hút mẫu vào xy lanh.
- Cân xy lanh có chứa dung môi.
- Nhấn . Máy sẽ hiển thị màn hình để người dùng nhập khối lượng mẫu.
- Bơm khoảng 0.750 g - 1.000 g dung dịch mẫu vào cốc chuẩn độ qua vách ngăn.
- Chú ý tránh để mẫu dính vào điện cực hoặc thành cốc. Nếu cần thiết, lắc nhẹ cốc để loại bỏ mẫu dính trên thành cốc và điện cực.
- Làm sạch đầu kim bằng cách hút nhẹ ít không khí trong cốc chuẩn độ trước khi rút ra. Nếu thấy còn sót lại 1 giọt trên kim thì nhúng nhanh đầu kim vào dung môi.
- Rút kim tiêm ra khỏi cốc chuẩn độ và cân xy lanh lại một lần nữa để xác định chính xác lượng mẫu đã cho vào cốc (bằng sự chênh lệch giữa 2 lần cân).
- Nhập chính xác giá trị mẫu đã thêm vào rồi nhấn để tiến hành phân tích.
- Sau khi chuẩn độ xong, màn hình **Result** sẽ được hiển thị, giá trị sẽ hiển thị theo **% mass**. Lưu giá trị vào "External Solvent Concentration".

CÀI ĐẶT PHƯƠNG PHÁP

Name: Solvent w/ 5mg/mL 1-comp.
 Method Revision: 1.1
 Type: Sample Analysis
 Predisensing Amount: None
 Pre-analysis Stir Time: 0 Sec
 Stirring Speed: 900 RPM
 Stirbar Type: Medium
 Drift Entry: Automatic
 Solvent: Methanol
 Sample Parameters:
 Sample Determ.: Normal
 Sample Name: Solvent
 Sample Type: Mass
 Sample Size: 1.0000 g
 Titrant: Composite 5
 Titrant Type: one-component
 Nominal Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Date/Time: Apr 02, 2019 11:45
 Titrant Age Reminder: 2d:00h:00m
 Control Parameters:
 Start Mode: Cautious
 Standby Mode: Enabled
 Standby Duration: 12:00 [hh:mm]
 Imposed Current: 20 µA
 Minimum Dose: 0.250 µL
 Maximum Dose: 5.000 µL
 Max Dosing Mode: Disabled
 Timed Increment: 1 second
 End Point Value: 180.0 mV
 Signal Averaging: 3 Readings
 Flow Rate: 10.0 mL/min
 Termination Parameters:
 Maximum Duration: 600 sec
 Maximum Titrant Volume: 5.000 mL
 Term. Criterion: Relative Drift
 Relative Drift: 10.0 µg/min
 Result Unit: %
 Significant Figures: XXXXX

CÔNG THỨC TÍNH TOÁN

Titrant units: mg/mL
 Titrant volume consumed: V (mL)
 Final results units: % Mass
 Titrant concentration: 5.0000 mg/mL
 Sample mass: 1.0000 g

$$\text{Mass} = \frac{V \times 5.0000}{1.0000 \times 10}$$

KẾT QUẢ

Method Name: Solvent w/ 5mg/mL 1-comp.
 Time & Date: Apr 03, 2019 12:00
 Sample Size: 0.9580 g
 Std. Titrant Conc.: 5.0000 mg/mL
 Drift Value: 4.0 µg/min
 End Point Volume: 0.1157 mL
 Result: 0.0595 %
 Titration Duration: 2:06 [mm:ss]
 Estimated Cell Volume: 57.5 mL
 Titration went to Completion
 Operator Name:
 Analyst Signature: _____



PHẦN 4:

LÝ THUYẾT CHUẨN ĐỘ



1. LÝ THUYẾT CHUẨN ĐỘ

1.1. GIỚI THIỆU VỀ CHUẨN ĐỘ

Chuẩn độ là một phương pháp định lượng, phương pháp Volumetric được sử dụng để xác định nồng độ của chất phân tích trong dung dịch. Nồng độ của chất phân tích được xác định bằng cách thêm từ từ chất chuẩn độ (thuốc thử) vào dung dịch. Phản ứng chuẩn độ là phản ứng tương đối nhanh, đơn giản, được biểu diễn bằng phương trình hóa học. Phản ứng chuẩn độ tiếp tục khi chất chuẩn độ được thêm vào cho đến khi tiêu thụ hết chất phân tích và chất phân tích phản ứng hoàn toàn về mặt định lượng với chất chuẩn độ.

Điểm mà tại đó tất cả chất phân tích đã phản ứng được gọi là điểm tương đương, còn được gọi là điểm kết thúc lý thuyết hoặc điểm kết thúc hóa học lượng pháp. Điểm này đi kèm với sự thay đổi vật lý đột ngột trong dung dịch, có thể được tạo ra bởi chất chuẩn độ hoặc chất chỉ thị và có thể được phát hiện bằng mắt thường hoặc bằng phép đo.

Chuẩn độ không thể xác định hàm lượng của tất cả các chất phân tích. Phản ứng hóa học giữa chất chuẩn độ và chất phân tích phải đáp ứng 4 yêu cầu:

- Phản ứng phải nhanh và xảy ra trong khoảng một giây sau khi thêm chất chuẩn độ.
- Phản ứng phải xảy ra hoàn toàn
- Phải biết rõ hóa học lượng pháp của phản ứng (tỷ lệ phản ứng)
- Điểm cuối hoặc điểm uốn phải rõ ràng

Chuẩn độ có độ chính xác cao và mang lại nhiều ưu điểm so với các phương pháp khác. Chuẩn độ được thực hiện nhanh chóng, yêu cầu thiết bị và dụng cụ tương đối đơn giản.

1.2. CÁC ỨNG DỤNG CỦA CHUẨN ĐỘ

- Đo hàm lượng acid trong nước thải trồng trọt, thực phẩm (như phô mát và rượu), bề xi mạ và khác, sản phẩm dầu mỏ, thuốc.
- Hàm lượng cơ bản của phân bón (chứa ammonia), chất tẩy trắng, khoáng chất
- Độ cứng của nước
- Hàm lượng kim loại của hợp kim, khoáng chất, quặng, đất sét, nước, bề xi mạ, sơn, giấy, vật liệu thực vật, chất lỏng sinh học, sản phẩm dầu mỏ.
- Hàm lượng ẩm trong thực phẩm, hóa dầu, sản phẩm dược phẩm và nhựa.
- Nồng độ thuốc thử oxi hóa khử như chlorine có sẵn trong nước uống, peroxide, hàm lượng vết của chất oxi hóa và chất khử trong thực phẩm, chất khử trong nước nổi hơi nhiệt độ cao hoặc áp suất cao, phân tích vitamin.

1.3. NHỮNG ƯU VÀ NHƯỢC ĐIỂM CỦA CHUẨN ĐỘ

Một số ưu điểm của chuẩn độ là:

- Kết quả chính xác. Đo bằng điện cực với độ chính xác lên đến 0.1%
- Phương pháp đơn giản, chi phí đầu tư hợp lý và đào tạo dễ dàng
- Phù hợp để đo các thành phần chính của hỗn hợp hoặc sản phẩm
- Tự động hóa giúp giảm thời gian và nhân lực.

Một số nhược điểm của chuẩn độ:

- Thời gian cần thiết để chuẩn bị chất chuẩn và chất chuẩn độ
- Để đạt được kết quả chính xác người vận hành cần có kỹ thuật tốt
- Không thích hợp đo hàm lượng vết, các thành phần phụ của hỗn hợp hoặc sản phẩm
- Dynamic range (phạm vi liều động) bị giới hạn, có thể yêu cầu các bước chuẩn bị mẫu bổ sung (pha loãng) và chuẩn độ lại.

2. CÁC LOẠI CHUẨN ĐỘ

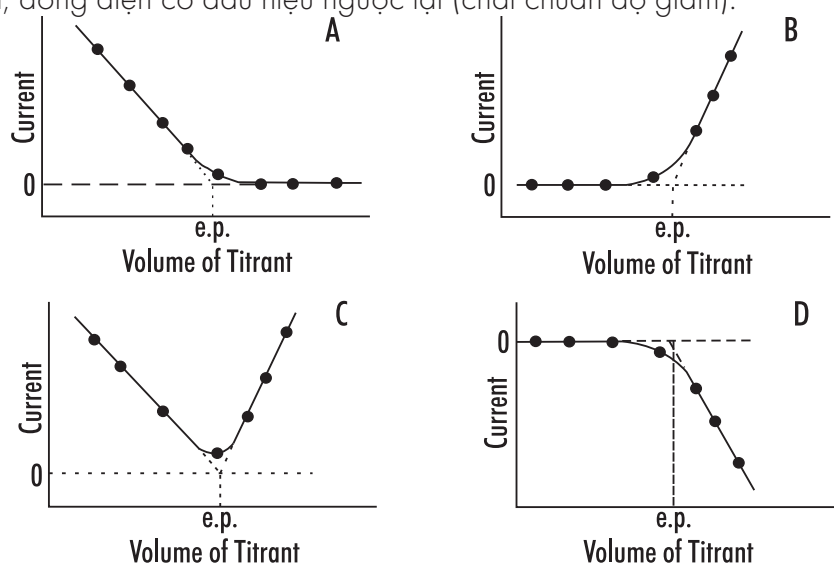
2.1. PHÂN LOẠI THEO PHƯƠNG PHÁP ĐO

2.1.1. AMPEROMETRIC TITRATIONS

Chuẩn độ Amperometric được thực hiện bằng cách đặt hai điện cực (thường là điện cực chọn lọc ion kim loại và điện cực so sánh) vào dung dịch mẫu và giữ điện thế của điện cực kim loại ở một hiệu điện thế đã chọn. Do quá trình oxi hóa hoặc khử của các chất, sẽ tạo ra dòng điện. Vẽ biểu đồ điện thế so với thể tích chất chuẩn độ thu được đường cong chuẩn độ và xác định điểm tương đương. Những thay đổi trong dòng điện là do sự thay đổi nồng độ của một chất cụ thể (bị oxi hóa hoặc khử ở điện cực). Nói chung phản ứng giữa chất phân tích và chất chuẩn độ tạo thành một chất mới. Tùy thuộc vào cách chuẩn độ, các chất phản ứng là chất điện ly và sản phẩm thì không, hoặc ngược lại. Các đường cong chuẩn độ Amperometric trông giống như hai đường thẳng cắt nhau tại điểm tương đương, điều này là do sự thay đổi độ điện ly của dung dịch.

Nhiều ion kim loại có thể được chuẩn độ Amperometric bằng phản ứng kết tủa, tạo phức hoặc phản ứng oxi hóa khử. Một số ion kim loại và các chất có thể được xác định theo cách này bao gồm bạc, barium, halogenide, kali, magnesium, palladium, molybdate, sulfate, tungstate, kẽm, bismuth, cadmium, fluoride, indium, thallium, iodine, vàng.

Hình 1 cho thấy bốn phép chuẩn độ Amperometric và điểm cuối của chúng. Trong đồ thị **A**, chất phân tích điện ly và tạo ra dòng điện nhưng chất phản ứng thì không. Trong đồ thị **B** chất chuẩn độ điện ly, chất phản ứng thì không. Trong đồ thị **C**, cả chất phân tích và chất chuẩn độ đều là chất điện ly và cả hai đều tạo ra dòng điện. Đồ thị **D** tương tự như đồ thị **B**; tuy nhiên, dòng điện có dấu hiệu ngược lại (chất chuẩn độ giảm).



Hình 1

2.1.2. POTENTIOMETRIC TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ ĐIỆN THẾ)

Chuẩn độ điện thế được thực hiện bằng cách đo điện thế trong dung dịch bằng điện cực (một điện cực chỉ thị và một điện cực so sánh). Khi chất chuẩn độ được thêm vào, sự thay đổi điện thế của điện cực được theo dõi để biết tiến trình của quá trình chuẩn độ.

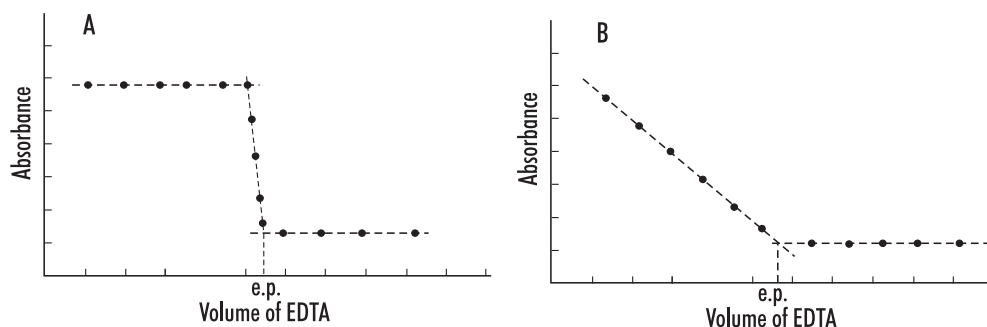
Điện thế được đo dưới điều kiện dòng điện bằng 0. Điện thế đo được sau đó sử dụng để xác định nồng độ chất phân tích. Điện thế trong pin điện hóa là kết quả của sự thay đổi

năng lượng tự do sẽ xảy ra nếu các hiện tượng hóa học tiếp tục cho đến khi điều kiện cân bằng được thỏa mãn. Có nhiều kiểu chuẩn độ sử dụng phép đo điện thế ví dụ: Điện cực pH để chuẩn độ acid-base, điện cực ORP bạch kim trong chuẩn độ oxy hóa khử, điện cực chọn lọc ion, như chloride hoặc fluoride để chuẩn độ ion cụ thể và điện cực bạc để chuẩn độ Argentometric

2.1.3. SPECTROPHOTOMETRIC TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ QUANG PHỔ)

Phương pháp này sử dụng các chất chỉ thị có màu sắc đậm và thay đổi màu trong quá trình chuẩn độ. Có thể thu được dữ liệu chính xác nếu sự hấp thụ ánh sáng được đo bằng dụng cụ sử dụng nguồn sáng, bộ đơn sắc đơn giản và bộ tách sóng thay vì mắt thường. Sự hấp thụ ánh sáng bởi một chất chỉ thị hoặc một chất bất kỳ có thể được sử dụng để theo dõi quá trình chuẩn độ.

Hình 2 cho thấy hai đường cong chuẩn độ. Trong đồ thị **A**, sự hấp thụ của một phức chất chỉ thị kim loại đang được theo dõi. Độ hấp thụ không đổi trong khi kim loại được tạo phức bởi chất chuẩn độ EDTA. Phức chất chỉ thị kim loại đã bị tách ra, làm cho đường cong chuẩn độ bị đứt gãy mạnh. Điểm mà tất cả kim loại được tạo phức và tách khỏi chất chỉ thị là điểm tương đương. Điểm này được đánh dấu bằng "e.p." trên đồ thị. Trong đồ thị **B**, phức kim loại đang được đo khi được chuẩn độ bằng EDTA. Phức hợp mới được hình thành không có màu và không hấp thụ ánh sáng. Giao điểm ngoại suy của hai đường chính là điểm tương đương.



Hình 2

2.2. PHÂN LOẠI THEO KIỂU PHẢN ỨNG

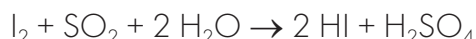
2.2.1. CHUẨN ĐỘ KARL FISCHER

Phương pháp này dựa trên phản ứng hóa học giữa nước và thuốc thử KF, được sử dụng để xác định nước liên kết và tự do trong mẫu. Phương pháp KF được sử dụng rộng rãi vì nhanh chóng, chính xác, lặp lại và có phạm vi phát hiện lớn nhất từ 1 ppm đến 100%.

Xác định hàm lượng nước là một trong những phương pháp phổ biến trong các phòng thí nghiệm trên thế giới. Hàm lượng nước rất quan trọng vì nó cho các tính chất hóa học và vật lý của vật liệu và xác định chất lượng sản phẩm. Việc xác định hàm lượng nước được thực hiện trên nhiều loại mẫu gồm dược-mỹ phẩm, thực phẩm, các sản phẩm tự nhiên, các hợp chất hữu cơ và vô cơ, hóa chất, dung môi, khí, dầu mỏ và nhựa cũng như sơn và chất kết dính. Chuẩn độ Karl Fischer là phương pháp tiêu chuẩn để phân tích nước theo quy định của nhiều tổ chức như Association of Official Analytical Chemists, the United States and European Pharmacopoeia, ASTM, American Petroleum Institute, British Standards and DIN.

2.2.1.1. LỊCH SỬ CỦA PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ KARL FISCHER.

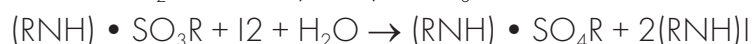
Xác định hàm lượng nước bằng chuẩn độ Karl Fischer dựa trên phản ứng Bunsen năm 1853 theo đó sulfur dioxide bị oxy hóa bởi iodine trong nước.



Trong bài báo năm 1935 của Karl Fischer, "Quy trình mới để chuẩn độ nước", ông đã trình bày một dạng sửa đổi của phản ứng Bunsen được điều chỉnh để xác định hàm lượng nước của các dung dịch không chứa nước. Phép chuẩn độ được thực hiện trong methanol với sự hiện diện của sulfur dioxide dư và pyridine để trung hòa các sản phẩm phản ứng có tính acid và thúc đẩy phản ứng hoàn thành.



Dưới đây là hai sự phát triển quan trọng của phản ứng Karl Fischer. Đầu tiên, pyridine hoạt động như một chất đệm pH và không đóng vai trò trực tiếp trong phản ứng. Điều này cho phép các công thức thuốc thử thay thế pyridine bằng các base vừa ít độc hơn vừa biết được phạm vi pH giúp chuẩn độ nhanh và chính xác hơn. Thứ hai, phản ứng với nước không phải là sulfur dioxide mà là ion monomethyl sulfite sinh ra từ phản ứng giữa sulfur dioxide và methanol. Sau đó, các nhà nghiên cứu đã chỉ ra rằng alcohol bậc cao hơn có thể được sử dụng thay cho methanol. Do đó, phản ứng Karl Fischer có thể được mô tả bằng chuỗi phản ứng tổng quát sau đây, trong đó H_2O , I_2 , SO_2 và RN phản ứng theo tỷ lệ 1: 1: 1: 3.



pH tối ưu của phản ứng Karl Fischer là từ 5.5 đến 8 trong đó tất cả sulfur dioxide đều có sẵn dưới dạng methyl sulfite. Nếu pH giảm xuống dưới 5, tốc độ phản ứng giảm và khó đạt được điểm kết thúc. Nếu pH vượt quá 8, các phản ứng phụ bắt đầu xảy ra giữa iodine và hydroxide hoặc ion methylate, làm thay đổi tỷ lệ phản ứng chuẩn độ.

Trong khi các dung môi không chứa alcohol có thể được sử dụng để phân tích Karl Fischer, chúng cũng có ảnh hưởng đến tỷ lệ phản ứng. Khi không có alcohol, phản ứng tương tự như tỷ lệ phản ứng Bunsen trong đó tỷ lệ phản ứng của nước với iodine là 2: 1. Trong dung môi có chứa alcohol bậc cao hơn, tỷ lệ không đồng đều có thể được quan sát thấy do khả năng tương đối của alcohol bậc cao hơn để tạo thành sulfite ester phản ứng với nước. Các vấn đề do dung môi gây ra thường không gặp phải trong quá trình phân tích thông thường vì hai lý do. Một là việc chuẩn hóa chất chuẩn độ và phân tích mẫu được thực hiện trong cùng một môi trường và điều kiện, giúp bù trừ bất kỳ sự thay đổi nào trong quá trình phản ứng. Thứ hai, hầu hết các hệ thống thuốc thử Karl Fischer được xây dựng để hỗ trợ phép đo KF tiêu chuẩn.

2.2.1.2. CHẤT CHỈ THỊ TRỰC QUAN CỦA CHUẨN ĐỘ KARL FISCHER

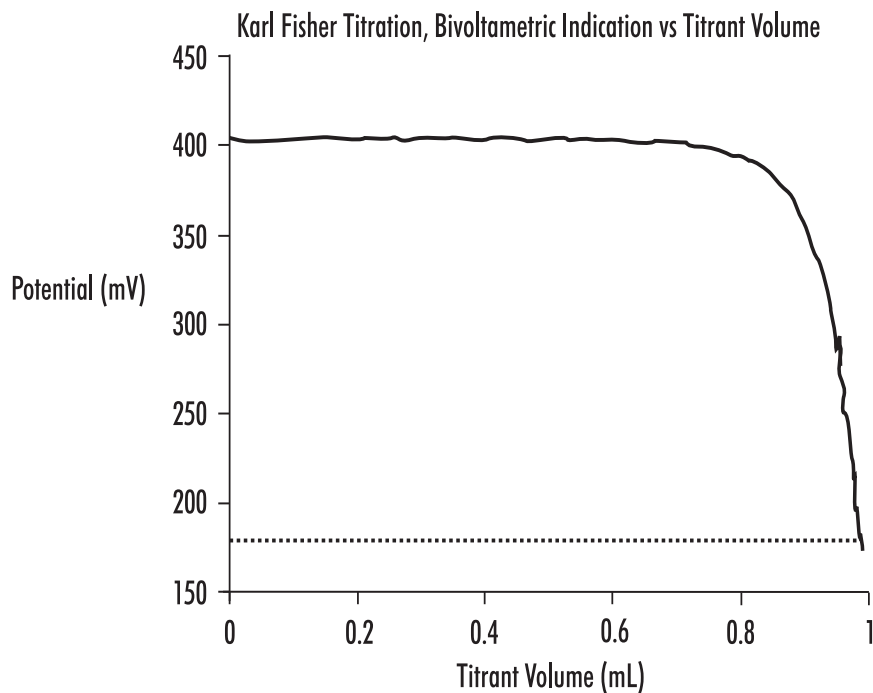
Các phương pháp trực quan có ứng dụng hạn chế, đòi hỏi kỹ thuật cao và hiện đã trở nên lỗi thời. Để phát hiện điểm cuối bằng mắt, các mẫu phân tích phải không màu. Ngoài ra, màu sắc của dung dịch có sự khác nhau giữa môi trường chuẩn độ phân cực và không phân cực. Sau điểm tương đương, tất cả nước trong dung dịch đã được phản ứng. Giọt tiếp theo của chất chuẩn độ thêm vào làm nồng độ iodine tăng lên và dung dịch tạo ra màu vàng, và cuối cùng là màu nâu. Rất khó để tạo ra màu ở điểm cuối có thể lặp lại giữa các lần chuẩn độ.

2.2.1.3. CHỈ THỊ ELECTROMETRIC CHUẨN ĐỘ KARL FISCHER

Chỉ thị Biamperometric và Bivoltametric là hai loại chỉ thị Electrometric thường được sử dụng để chuẩn độ Karl Fischer. Cả hai phương pháp đều sử dụng một điện cực chân bạch kim đôi hoặc một điện cực vòng bạch kim đôi để phát hiện iodine dư. Sau điểm tương đương chuẩn độ, tất cả nước trong dung dịch đã được phản ứng. Liều tiếp theo của chất chuẩn độ chứa iodine được thêm vào dung dịch sẽ xảy ra phản ứng ở điện cực:



Iodine dư dễ bị khử ở cathode, và iodide tạo thành bị oxy hóa ở anode. Cả hai phương pháp đều dựa vào các điện tử (dòng điện) được tạo ra trong dung dịch chuẩn độ bằng các phản ứng oxy hóa-khử được mô tả ở trên. Chỉ thị Biamperometric liên quan đến việc theo dõi dòng điện chạy qua dung dịch trong khi một điện áp không đổi được đặt trên các phần tử bạch kim của điện cực. Khi có nước trong dung dịch chuẩn độ và không có iodine dư thì chỉ có dòng điện tối thiểu chạy giữa các phần tử điện cực. Sau điểm tương đương, khi có iodine, cường độ dòng điện tăng lên vài μA . Chỉ thị Bivoltametric liên quan đến việc đo điện áp cần thiết để duy trì dòng điện không đổi giữa các phần tử điện cực. Một dòng điện một chiều hoặc xoay chiều nhỏ được gọi là dòng điện phân cực (I_{pol}) được đưa vào giữa các chân hoặc vòng điện cực, và điện áp thu được sẽ được đo để theo dõi tiến trình chuẩn độ. Trong cả 2 phương pháp đường cong chuẩn độ hình chữ L được tạo ra bằng cách vẽ biểu đồ của dòng điện hoặc điện áp so với thể tích chất chuẩn độ được thêm vào.



Hình 3

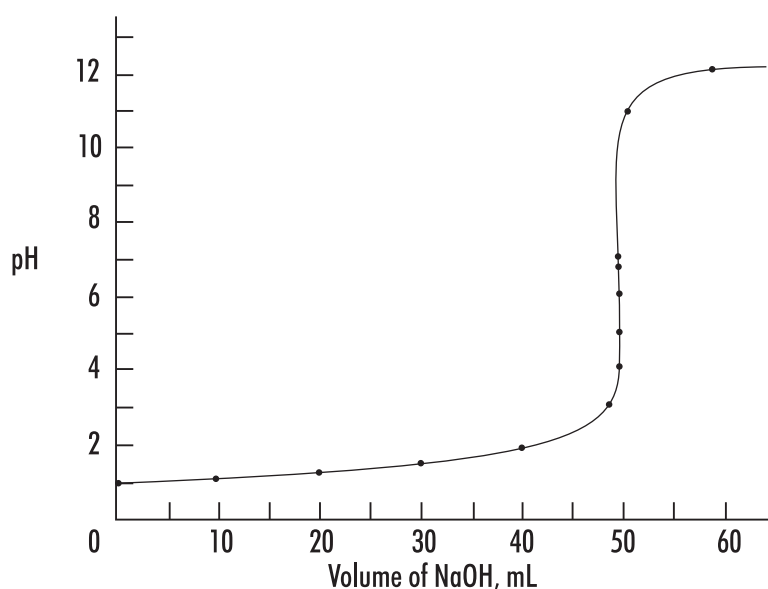
Trong phương pháp này chuẩn độ quá điểm tương đương có thể chấp nhận được vì hai lý do. Thứ nhất, do độ nhạy của các phương pháp nên các phép chuẩn độ luôn được thực hiện chính xác như nhau, lượng iodine dư rất ít dẫn đến các phép chuẩn độ có độ lặp cao. Thứ hai, độ chính xác của kết quả không bị ảnh hưởng vì lượng iodine dư rất ít đã được tính đến trong quá trình chuẩn hóa chất chuẩn.

2.2.2. CHUẨN ĐỘ ACID-BASE

Chuẩn độ acid-base là phổ biến nhất. Chuẩn độ acid-base dựa trên phản ứng giữa acid và base, sự trung hòa theo hệ số tỷ lệ lượng hoặc sự trao đổi proton. Hầu như tất cả các phép chuẩn độ acid-base đều được thực hiện bằng cách sử dụng acid mạnh hoặc base mạnh làm chất chuẩn độ. Nếu chuẩn độ được thực hiện với một acid yếu hoặc một base yếu, sẽ rất khó phát hiện do sự thay đổi nhỏ về pH tại điểm tương đương ở điểm cuối.

Các chất chỉ thị hóa học thường được sử dụng để xác định điểm kết thúc. Chất chỉ thị sẽ thay đổi màu sắc để báo hiệu rằng đã kết thúc quá trình chuẩn độ. Khi chọn chất chỉ thị thích hợp, bạn nên chọn chất chỉ thị có pKa càng gần điểm cuối của phép chuẩn độ càng tốt. Vùng thay đổi màu của chất chỉ thị thường là ± 1 đơn vị pH xung quanh pKa. Đường cong chuẩn độ lý thuyết rất hữu ích để minh họa dung dịch sẽ thay đổi như thế nào trong quá trình chuẩn độ thực tế và cho phép lựa chọn điểm cuối hoặc chất chỉ thị thích hợp.

Hình 4 cho thấy một đường cong chuẩn độ truyền thống. Đường cong thu được bằng cách vẽ đồ thị giá trị pH theo thể tích NaOH đã thêm vào.

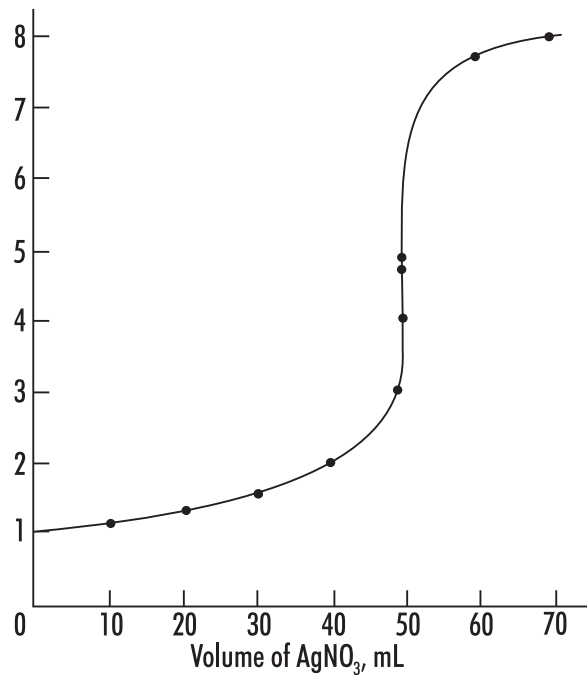


Hình 4

2.2.3. ARGENTOMETRIC TITRATIONS

Chuẩn độ Argentometric sử dụng Bạc (nitrate) làm chất chuẩn độ và thường là chuẩn độ kết tủa, vì nhiều muối bạc không tan. Các phép chuẩn độ này thường được sử dụng để chuẩn độ và xác định nồng độ của bromide, chloride, cyanide, iodide và sulfide.

Chuẩn độ Argentometric có thể được thực hiện với chỉ thị Mohr. Sau khi tất cả chloride đã phản ứng, kết tủa bạc chromate màu đỏ được hình thành hoặc có thể dễ dàng chuẩn độ bằng ISE bạc (hoặc ISE chloride để chuẩn độ chloride) và điện cực so sánh.



Hình 5

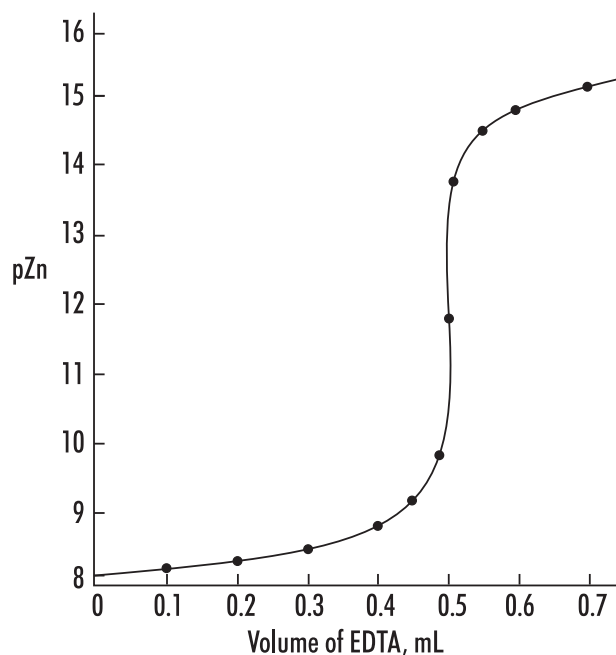
Hình 5 cho thấy chất chuẩn độ NaCl 0.1N 50 mL với AgNO₃ 0.1N. Sử dụng điện cực ISE chloride, và vẽ đồ thị dưới dạng pCl (-log [Cl⁻]).

2.2.4. COMPLEXOMETRIC TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ PHỨC CHẤT)

Phức chất có ion kim loại trung tâm liên kết cộng hóa trị với một hoặc nhiều nhóm cho điện tử được gọi là ligand. Trong phép chuẩn độ phức chất, các ion kim loại được chuẩn độ bằng cách sử dụng chất chuẩn độ liên kết mạnh với nó. Thường thì các chất chuẩn độ này chứa EDTA hoặc CDTA, các ligand polydentate tạo thành các hợp chất phối trí rất bền với các ion kim loại. Để chuẩn độ trực tiếp thì phản ứng tạo phức phải xảy ra nhanh. Một số ion kim loại phản ứng quá chậm với EDTA nên không thể chuẩn độ trực tiếp.

Có thể sử dụng điện cực chỉ thị phản ứng với ion kim loại để theo dõi tiến trình chuẩn độ. Đường cong chuẩn độ sẽ tương tự như chuẩn độ điện thế thông thường. Chất chỉ thị tạo phức làm thay đổi màu sắc dung dịch ở điểm cuối khi tất cả các ion kim loại phản ứng, hoặc tạo phức với chất chuẩn độ.

Đường cong chuẩn độ sẽ xuất hiện tương tự như chuẩn độ điện thế, khi sử dụng điện cực chỉ thị phản ứng với ion kim loại (xem Hình 6).



Hình 6

2.2.5. ION SELECTIVE TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ CHỌN LỌC ION)

Chuẩn độ chọn lọc ion phổ biến nhất là chuẩn độ acid-base. Nồng độ ion H^+ được đo và theo dõi cụ thể trong quá trình chuẩn độ để xác định điểm tương đương. Sử dụng điện cực chọn lọc ion (ISE) làm điện cực chỉ thị, tín hiệu điện thế mV được sử dụng để theo dõi trực tiếp nồng độ (hoặc hoạt độ) của một ion cụ thể.

Ví dụ về chuẩn độ ISE bao gồm chuẩn độ fluoride bằng nhôm sử dụng điện cực ISE fluoride, chuẩn độ chloride với bạc nitrate sử dụng điện cực ISE chloride, chuẩn độ natri với điện cực ISE natri,... Có thể xác định điểm tương đương bằng cách vẽ biểu đồ mV so với lượng chất chuẩn độ thêm vào.

2.2.6. CHUẨN ĐỘ ACID-BASE TRONG DUNG MÔI KHÔNG CHỨA NƯỚC

Chuẩn độ acid-base rất yếu phải sử dụng dung môi không chứa nước do tác dụng san bằng của nước đối với tất cả các acid và base hòa tan trong đó. Nhiều loại acid và base yếu có thể được chuẩn độ bằng cách sử dụng dung môi không chứa nước. Hỗn hợp acid hoặc base thường có thể được phân tích riêng lẻ trong một phép chuẩn độ liên tiếp.

2.2.6.1. CHUẨN ĐỘ ACID

Acid yếu với pK_a khoảng 11 có thể được chuẩn độ trong dung môi không có nước. Những acid này bao gồm: carboxylic acid, enol, phenol, imide, sulfonic acid và các acid vô cơ. Nước hoặc alcohol bậc thấp phù hợp cho phép chuẩn độ các acid trung bình và mạnh ($pK_a < 5$). Chuẩn độ acid yếu hơn bằng base mạnh cần dung môi có tính acid ít hơn nước hoặc ethanol/methanol. Các dung môi acetone, acetonitrile, t-butylalcohol, dimethylformamide, isopropanol và pyridine phù hợp cho các phép chuẩn độ acid-base mạnh, trung bình và yếu. Chất chuẩn độ gồm alcohol potassium hydroxide và các natri hoặc kali alkoxide khác nhau trong hỗn hợp benzen/methanol 10:1. Các chất chuẩn độ tốt nhất là ammonium hydroxide bậc bốn (như tetrabutylammonium hydroxide) do acid có khả năng hòa tan tốt muối tetraalkylammonium và đường cong chuẩn độ rõ ràng (Hình 7).

2.2.6.2. CHUẨN ĐỘ BASE

Base yếu (pK_b khoảng 11), không ion hóa với nước, có thể được chuẩn độ trong dung môi không chứa nước. Những base gồm các amine béo và vòng thơm, dị vòng nitơ cơ bản, kim loại kiềm và muối amine của acid, và nhiều hợp chất hữu cơ cơ bản khác. Chuẩn độ một base yếu bằng một acid mạnh yêu cầu một dung môi yếu nhất có thể. Nước và alcohol có thể chuẩn độ base mạnh trung bình như amine béo ($pK_b = 4$ đến 5), nhưng không thể dùng để chuẩn độ base yếu hơn như pyridin ($pK_b = 8.8$). Acetic acid tác dụng tốt với base yếu và được sử dụng rộng rãi. Các dung môi ít cơ bản hơn như aceton, acetonitrile và nitromethane giúp chuẩn độ được nhiều loại hợp chất hơn.

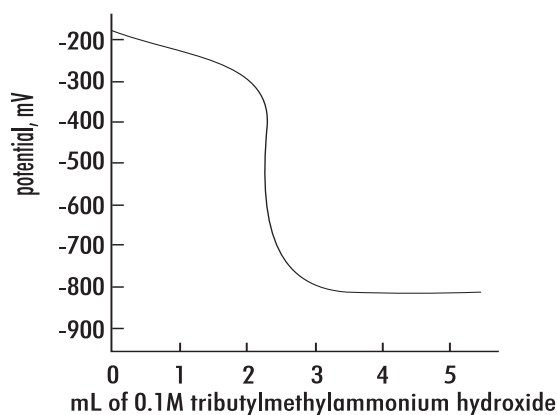
Điểm cuối của phép chuẩn độ không chứa nước thường được xác định bằng điện thế của điện cực pH thủy tinh, đã sửa đổi calomel hoặc điện cực so sánh nối nối đôi với mỗi nối tham chiếu có tốc độ dòng chảy thấp. Đường cong chuẩn độ rõ ràng thu được trong hầu hết các dung môi, trừ những dung môi có hằng số điện môi rất thấp như benzen, chloroform và những loại khác, điện trở cao của dung môi làm điện thế không ổn định.

2.2.7. PRECIPITATION TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ KẾT TỦA)

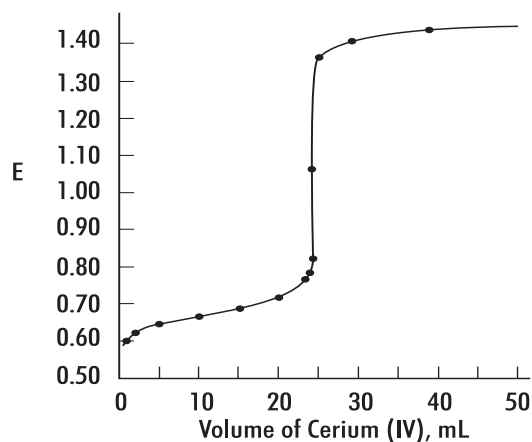
Chuẩn độ kết tủa nhanh hơn so với phương pháp cũ (kết tủa được hình thành, lọc, làm khô và cân để phân tích hợp chất). Thông thường, các halide bạc, bạc thiocyanate và một số muối thủy ngân, muối chì và muối kẽm được chuẩn độ bằng phương pháp này. Các phản ứng hóa học phải tạo thành muối không tan, kết tủa nhanh chóng. Khi phản ứng xảy ra chậm, có thể sử dụng phương pháp chuẩn độ ngược. Thêm một lượng dư (đã biết) của chất chuẩn độ để buộc phản ứng xảy ra, và sau đó chất chuẩn độ không phản ứng được chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn của thuốc thử khác.

2.2.8. REDOX TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ OXI HÓA KHỬ)

Nếu phản ứng xảy ra nhanh và có sẵn tín hiệu phân tích để theo dõi, thì có thể thực hiện chuẩn độ oxi hóa khử. "Nhanh" có nghĩa là mỗi lần thêm chất chuẩn độ thì phản ứng hoàn toàn và điện cực có thể phát hiện sự thay đổi trong dung dịch trong vòng chưa đầy một giây (xem Hình 8). Chuẩn độ oxi hóa khử là chuẩn độ điện thế trong đó tín hiệu mV từ điện cực ORP kết hợp (thường với điện cực chỉ thị platin) được sử dụng để theo dõi phản ứng của chất oxi hóa chất khử. Thế điện cực được xác định theo phương trình Nernst và được điều khiển bởi tỷ lệ chất oxi hóa-khử.



Hình 7



Hình 8

Có thể sử dụng chỉ thị trực quan như Ferrioin. Dạng oxy hóa và dạng khử của chất chỉ thị sẽ có màu sắc khác nhau và có thể được sử dụng để xác định điểm kết thúc. Các chất khử khác nhau có thể được xác định bằng chất chuẩn độ với chất oxy hóa như thuốc tím, kali cromate hoặc iodine. Các chất khử thường được sử dụng làm chất chuẩn độ bao gồm natri thiosulfate và sắt ammonium sulfate

Như với phép chuẩn độ Axit-Bazơ, điện thế thay đổi đáng kể tại điểm tương đương.

2.3. CHUẨN ĐỘ THEO YÊU CẦU

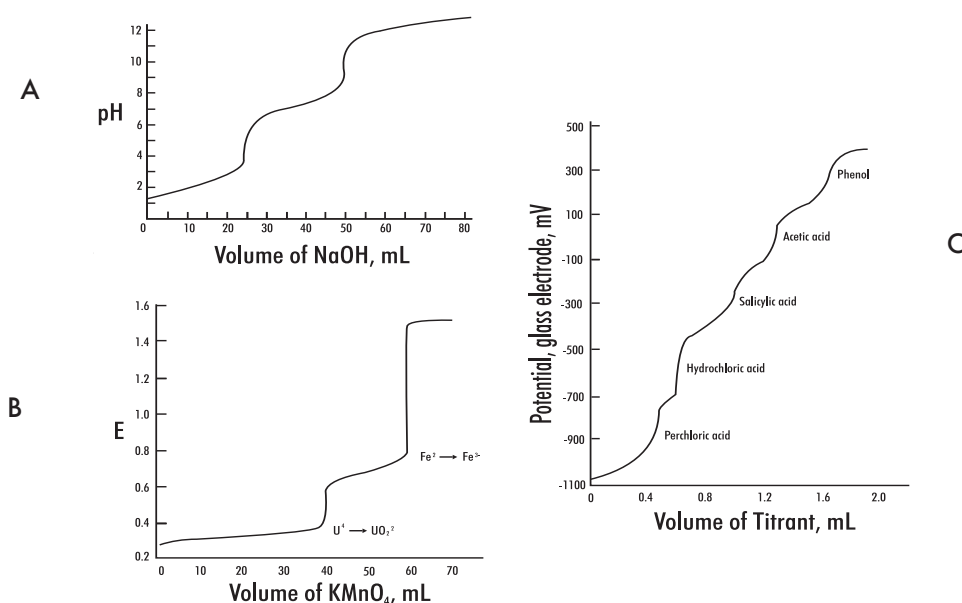
2.3.1. BACK TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ NGƯỢC)

Chuẩn độ ngược thường được sử dụng khi phản ứng quá chậm để có thể thực hiện trực tiếp. Trong quá trình chuẩn độ "trực tiếp" phản ứng phải kết thúc trong vòng vài giây. Trong phép chuẩn độ ngược, một lượng lớn thuốc thử được thêm vào mẫu, giúp phản ứng hoàn thành. Sau đó chuẩn độ thuốc thử dư, không phản ứng. Sự khác biệt về tổng thể tích của thuốc thử đầu tiên được thêm vào và lượng xác định được từ lần chuẩn độ thứ hai là lượng thuốc thử cần thiết để hoàn thành phản ứng chuẩn độ.

2.3.2. MULTIPLE END POINT TITRATIONS (CHUẨN ĐỘ NHIỀU ĐIỂM CUỐI)

Trong một số điều kiện nhất định, một số phép chuẩn độ có thể có nhiều hơn một điểm tương đương và có thể chuẩn độ đến các điểm cuối riêng lẻ để xác định nồng độ của từng thành phần riêng lẻ. Ví dụ chuẩn độ acid-base, trong đó acid hoặc base có độ mạnh khác nhau ở trong một hỗn hợp; oxy hóa khử, trong đó mỗi chất có một thế khử khác nhau; phức chất, trong đó các loại khác nhau có thể chuẩn độ riêng biệt; và acid-base, sử dụng polyprotic acid (pK_a của các proton đủ khác nhau để tách chúng).

Hình 9 cho thấy ba kiểu chuẩn độ nhiều điểm cuối khác nhau. Đồ thị **A** cho thấy sự chuẩn độ của một polyprotic acid. Có thể xác định độ mạnh acid khác nhau của proton thứ nhất và thứ hai. Đồ thị **B** minh họa một hỗn hợp của hai loại kim loại oxy hóa khử khác nhau, trong đó các điện thế oxy hóa khử khác nhau cho phép các loại được phân tách. Đồ thị **C** là đường chuẩn độ dung dịch chứa acid mạnh, acid yếu và acid rất yếu.



Hình 9

3. QUY TRÌNH CHUẨN ĐỘ

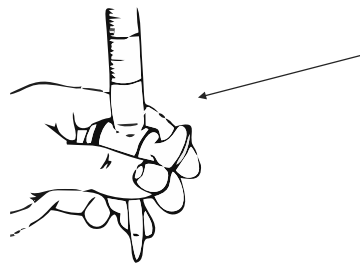
3.1. CHUẨN ĐỘ THỦ CÔNG

Các thiết bị cần thiết để chuẩn độ thủ công bao gồm:

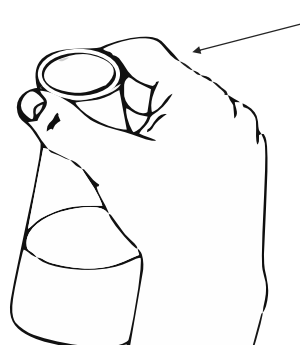
- Burette, để phân phối chính xác thể tích chất chuẩn độ vào bình phản ứng.
- Bình erlen, hoặc bình tương tự, để trộn đều dung dịch.
- Pipet để thêm chính xác thể tích mẫu hoặc chất chỉ thị.
- Dung dịch chuẩn độ có nồng độ đã biết
- Một chỉ thị trực quan hoặc thiết bị để phát hiện sự kết thúc của phản ứng

Chuẩn độ thủ công điển hình bao gồm các bước sau:

- 1) Pipet thường được sử dụng để thêm một thể tích mẫu đã biết vào bình.
- 2) Thêm chất chỉ thị hoặc đầu dò vào bình.
- 3) Một burette để phân phối chất chuẩn độ một cách có kiểm soát.
- 4) Chất chuẩn độ được thêm vào cho đến khi chỉ thị báo hiệu điểm kết thúc phản ứng.
- 5) Nồng độ của chất phân tích được tính toán dựa trên nồng độ và thể tích của chất chuẩn độ cần thiết để đạt được điểm cuối.



Đặt các ngón tay quanh vòi và giữ áp lực để ngăn dung dịch chảy ra



Xoay bình liên tục

3.2. AUTOMATIC TITRATION (CHUẨN ĐỘ TỰ ĐỘNG)

Máy chuẩn độ tự động là thiết bị phân tích có độ chính xác cao, theo dõi sự thay đổi vật lý liên quan đến phản ứng chuẩn độ, tự động dừng ở điểm cuối và tính toán nồng độ của chất phân tích. Máy chuẩn độ tự động là thiết bị tốt nhất để chuẩn độ chính xác cao và lặp lại

Máy chuẩn độ tự động phải có hệ thống phân phối chất lỏng chính xác. Trong các hệ thống có độ chính xác cao như máy chuẩn độ dòng **HI900**, hệ thống phân phối chất lỏng bao gồm một burette với xy lanh pit tông điều khiển động cơ bước có khả năng phân phối chính xác thể tích rất nhỏ của chất chuẩn độ, hệ thống van để chuyển đổi giữa đầu vào và đầu ra chất chuẩn độ, và đầu tip phân phối chất chuẩn độ. Ba thành phần chính của hệ thống này phải chính xác nhất có thể, với bánh răng rất chậm trong máy bơm burette,

độ uốn của seal pit tổng tối thiểu, đường kính trong chính xác của ống tiêm thủy tinh, van không bị rò rỉ, đường ống bay hơi/thẩm thấu tối thiểu và kháng hóa chất. Các thiết bị cần thiết để chuẩn độ tự động bao gồm:

- Máy chuẩn độ tự động, được trang bị với một burette
- Cốc
- Hệ thống khuấy điện tử, máy khuấy cánh quạt hoặc máy khuấy từ và đĩa khuấy
- Pipette để bổ sung chính xác các mẫu
- Dung dịch chuẩn độ chuẩn có nồng độ đã biết
- Hệ thống điện cực được sử dụng để xác định điểm cuối của quá trình chuẩn độ

Chuẩn độ tự động điển hình bao gồm các bước sau:

- 1) Thiết lập máy chuẩn độ tự động theo hướng dẫn của nhà sản xuất.
- 2) Pipet được sử dụng để thêm một thể tích mẫu đã biết vào cốc.
- 3) Nhấn chìm cánh khuấy hoặc cho cá từ vào cốc và bật hệ thống.
- 4) Bắt đầu chuẩn độ, máy chuẩn độ sẽ tự động dừng ở điểm kết thúc và xác định nồng độ của chất phân tích.

4. KẾT QUẢ CHUẨN ĐỘ

4.1. ĐỘ CHÍNH XÁC

Các yếu tố quan trọng nhất để đạt được kết quả chính xác với hệ thống chuẩn độ **HI900** là nồng độ của mẫu, kích thước của mẫu và có một bộ thông số phương pháp được tối ưu hóa.

4.2. ĐỘ LẶP

Độ lặp lại, hoặc tương quan giữa các phép xác định lặp lại, được biểu thị dưới dạng độ lệch chuẩn tương đối (RSD).

4.3. NGUYÊN NHÂN LỖI

Một trong những ưu điểm của phân tích thể tích là độ chính xác cao. Các nguyên nhân gây sai số có thể do quá trình lấy mẫu, chất chuẩn độ và chất chuẩn, phản ứng hóa học, xác định điểm cuối và tính toán.

4.3.1. LỖI LẤY MẪU

- Lựa chọn mẫu không đồng nhất hoặc mẫu không đại diện
- Mẫu bị biến đổi hoặc bị ô nhiễm trong quá trình thu thập, bảo quản hoặc vận chuyển
- Kỹ thuật kém khi chuyển mẫu vào cốc hoặc bình
- Lỗi cân (hiệu chuẩn và kiểm tra cân thường xuyên)

4.3.2. LỖI CHUẨN BỊ

Chuẩn bị không chính xác do:

- Kỹ thuật kém khi cân muối hoặc khi chuyển mẫu sang bình định mức
- Muối hoặc nước được sử dụng để làm chất chuẩn độ và chất chuẩn có độ tinh khiết thấp.
- Dụng cụ thủy tinh bẩn hoặc ướt
- Bảo quản chất chuẩn độ hoặc chất chuẩn không đúng cách có thể làm tăng lượng nước, bay hơi hoặc giảm chất lượng
- Không chuẩn hóa thường xuyên để điều chỉnh sự thay đổi chất chuẩn độ
- Không xả sạch ống chuẩn độ với một thể tích chất chuẩn độ trước khi chuẩn hóa
- Sai số thể tích từ pipet và bình định mức (cần có dụng cụ thủy tinh loại A)
- Lỗi cân khi cân muối (hiệu chuẩn và kiểm tra cân thường xuyên)

4.3.3. LỖI PHÂN PHỐI

Phân phối hóa chất không chính xác do:

- Thể tích van chết và van rò rỉ
- Hoạt động không chính xác trong mô tơ truyền động và bánh răng/có khe hở
- Seal burette/pit tông không kín
- Đường kính không đồng nhất của xy lanh thủy tinh trong burette
- Chất hóa học không tương thích với ống hoặc tạo bong bóng
- Thay đổi tỷ trọng/nhiệt độ chất chuẩn độ
- Thể tích dung dịch không đủ để nhấn chìm điện cực

4.3.4. LỖI PHẢN ỨNG HÓA HỌC

- Dung môi hoặc mẫu không thích hợp, dẫn đến phản ứng phụ
- Sự trộn không đều của chất chuẩn độ và dung môi hoặc mẫu trong bình chuẩn độ
- Phản ứng giữa chất chuẩn độ và mẫu không xảy ra nhanh
- Phản ứng không hoàn thành
- Có phản ứng phụ

4.3.5. LỖI XÁC ĐỊNH ĐIỂM CUỐI

Hầu hết các phép chuẩn độ thủ công sử dụng một chỉ thị trực quan để biết khi nào đạt đến điểm kết thúc và nên dừng chuẩn độ. Máy chuẩn độ tự động sử dụng thiết bị để xác định điểm kết thúc chuẩn độ và điểm tương đương. Có hai phương pháp chủ yếu được sử dụng để xác định điểm tương đương, đạo hàm bậc nhất và đạo hàm bậc hai.

Điểm uốn của đường cong chuẩn độ (mV với Thể tích) thường được giả định là điểm tương đương. Đạo hàm bậc nhất thường được dùng để xác định điểm uốn. Giá trị lớn nhất của đạo hàm bậc nhất (ΔmV với ΔV) tương ứng với điểm tương đương lý thuyết. Trong quá trình chuẩn độ, hiếm khi có điểm dữ liệu chính xác ở cực đại đạo hàm đầu tiên, giá trị lớn nhất được xác định bằng cách nội suy các điểm dữ liệu đạo hàm đầu tiên.

Đạo hàm bậc hai (ΔmV^2 với ΔV^2) cũng có thể được sử dụng để xác định điểm tương đương và có thể mang lại những ưu điểm hơn phương pháp đạo hàm bậc nhất. Các đạo hàm bậc hai đã tăng độ nhạy đối với các điểm uốn nhỏ hơn và dễ dàng đánh giá bằng số của điểm tương đương thực tế. Giá trị mà đạo hàm bậc hai bằng 0 là điểm tương đương. Đạo hàm bậc hai yêu cầu ít điểm hơn nằm gần điểm tương đương, nơi dữ liệu thường không thu được hoặc không đáng tin cậy.

Lỗi khi xác định điểm cuối có thể do:

- Tín hiệu không chính xác từ cảm biến
- Drift rate của cảm biến
- Cảm biến hoặc thiết bị phản hồi chậm (nên giữ cho cảm biến ở tình trạng tốt)
- Cài đặt không thích hợp trên máy chuẩn độ

5. TÍNH TOÁN

5.1. PHƯƠNG TRÌNH CHUẨN ĐỘ VOLUMETRIC KARL FISCHER

5.1.1. TÍNH HÀM LƯỢNG NƯỚC THEO % KHỐI LƯỢNG TỪ KHỐI LƯỢNG MẪU

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times \text{Titer}}{m_{\text{sample}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (% w/w)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ (mL)
 Titer Hàm lượng chất chuẩn độ (mg/mL)
 m_{sample} Khối lượng mẫu (g)

5.1.2. TÍNH HÀM LƯỢNG NƯỚC THEO % KHỐI LƯỢNG TỪ THỂ TÍCH MẪU

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times \text{Titer}}{V_{\text{sample}} \times d_{\text{sample}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (% w/w)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ (mL)
 Titer Hàm lượng chất chuẩn độ (mg/mL)
 V_{sample} Thể tích mẫu (mL)
 d_{sample} Tỷ trọng mẫu (g/mL)

5.1.3. TÍNH HÀM LƯỢNG NƯỚC THEO % THỂ TÍCH TỪ THỂ TÍCH MẪU

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times \text{Titer}}{V_{\text{sample}} \times d_{\text{water}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (% w/w)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ (mL)
 Titer Hàm lượng chất chuẩn độ (mg/mL)
 V_{sample} Thể tích mẫu (mL)
 d_{water} Tỷ trọng của nước ở nhiệt độ chuẩn độ (g/mL)

5.1.4. TÍNH HÀM LƯỢNG NƯỚC THEO % KHỐI LƯỢNG TRỪ ĐI BACKGROUND DRIFT RATE

$$C_{\text{sample}} = \frac{(V_{\text{titrant}} \times \text{Titer}) - [\text{Drift} \times t \times (1 \text{ mg}/1000 \mu\text{g})]}{m_{\text{sample}} \times (1000 \text{ mg/g})} \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (% w/w)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ (mL)
 Titer Hàm lượng chất chuẩn độ (mg/mL)
 Drift Background Drift Rate ($\mu\text{g}/\text{min}$)
 t Thời gian chuẩn độ (min)
 m_{sample} Khối lượng mẫu (g)

5.1.5. TÍNH HÀM LƯỢNG NƯỚC CỦA MẪU EXTERNAL DISSOLUTION (MẪU HÒA TAN BÊN NGOÀI)

$$C_{\text{sample}} = \left[\frac{m_{\text{solvent}} \times (C_{\text{solution}} - C_{\text{solvent}})}{m_{\text{sample}}} + C_{\text{solution}} \right] \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (% w/w)
 m_{solvent} Khối lượng dung môi (g)
 C_{solution} Hàm lượng nước của mẫu đã hòa tan (w/w)
 C_{solvent} Hàm lượng nước của dung môi (w/w)
 m_{sample} Khối lượng mẫu (g)

5.1.6. TÍNH HÀM LƯỢNG NƯỚC CỦA MẪU EXTERNAL EXTRACTION (MẪU CHIẾT XUẤT BÊN NGOÀI)

$$C_{\text{sample}} = \frac{m_{\text{titrant}} \times (C_{\text{supernatant}} - C_{\text{solvent}})}{m_{\text{solvent}} \times (1 - C_{\text{supernatant}})} \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (% w/w)
 m_{solvent} Khối lượng dung môi (g)
 $C_{\text{supernatant}}$ Hàm lượng nước của mẫu đã hòa tan (w/w)
 C_{solvent} Hàm lượng nước của dung môi (w/w)
 m_{sample} Khối lượng mẫu (g)

5.1.7. TÍNH HÀM LƯỢNG NƯỚC TRONG MẪU KHÍ

Hàm lượng nước trong mẫu khí được báo cáo theo $\mu\text{g/L}$ hoặc mg/L .

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times \text{Titer}}{\text{Flow Rate} \times \text{Flow Duration}}$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (mg/mL)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ (mL)
Titer Hàm lượng chất chuẩn độ (mg/mL)
Flow Rate Tốc độ dòng chảy của mẫu (L/min)
Flow Duration Thời gian chiết xuất mẫu (min)

Để tính hàm lượng nước theo % w/w khối lượng của khí được đưa vào bình chuẩn độ phải biết khối lượng khí đưa vào. Điều này có thể được xác định bằng các tính toán sử dụng định luật khí lý tưởng hoặc bằng cách đo khối lượng của vật chứa mẫu trước và sau khi chuẩn độ.

5.1.8. TÍNH TOÁN HÀM LƯỢNG (ĐƯƠNG LƯỢNG NƯỚC CỦA CHẤT CHUẨN ĐỘ) SỬ DỤNG SODIUM TARTRATE DIHYDRATE CHỨA 15.66% NƯỚC THEO KHỐI LƯỢNG

$$C_{\text{titrant}} = \frac{m_{\text{sample}} \times C_{\text{tartrate}}}{V_{\text{titrant}}}$$

- C_{titrant} Hàm lượng chất chuẩn độ (mg/mL)
 m_{sample} Khối lượng mẫu (g)
 C_{tartrate} Hàm lượng nước của Tartrate (156.6 mg/g)
 V_{titrant} Thể tích của chất chuẩn độ (mL)

5.1.9. TÍNH TOÁN HÀM LƯỢNG (ĐƯƠNG LƯỢNG NƯỚC CỦA CHẤT CHUẨN ĐỘ) SỬ DỤNG DUNG DỊCH CHUẨN

$$C_{\text{titrant}} = \frac{m_{\text{sample}} \times C_{\text{standard}}}{V_{\text{titrant}}}$$

- C_{titrant} Hàm lượng chất chuẩn độ (mg/mL)
 m_{sample} Khối lượng mẫu (g)
 C_{standard} Hàm lượng nước của chuẩn (mg/g)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ (mL)

5.2. CÁC PHƯƠNG TRÌNH THƯỜNG DÙNG

Các biến số chính được sử dụng để tính toán kết quả từ một phép chuẩn độ là thể tích mẫu, nồng độ của chất chuẩn độ và thể tích chất chuẩn độ cần thiết để đạt được điểm tương đương. Tại điểm tương đương, một lượng bằng nhau của chất phân tích và chất chuẩn độ đã được thêm vào.

5.2.1. TÍNH TOÁN MẪU THEO KHỐI LƯỢNG

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (g/100g)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ
 C_{titrant} Nồng độ chất chuẩn độ (eq/L)
 Ratio Tỷ lệ tương đương của chất phân tích/chất chuẩn độ (mol chất phân tích/eq chất chuẩn độ)
 $\text{FW}_{\text{analyte}}$ Khối lượng phân tử của chất phân tích (g/mol)
 m_{sample} Khối lượng mẫu (g)

5.2.2. TÍNH TOÁN MẪU THEO THỂ TÍCH

$$C_{\text{sample}} = \frac{V_{\text{titrant}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{V_{\text{sample}}} \times 100$$

- C_{sample} Nồng độ mẫu (g/100g)
 V_{titrant} Thể tích chất chuẩn độ
 C_{titrant} Nồng độ chất chuẩn độ (eq/L)
 Ratio Tỷ lệ tương đương của chất phân tích/chất chuẩn độ (mol chất phân tích/eq chất chuẩn độ)
 $\text{FW}_{\text{analyte}}$ Khối lượng mol của chất phân tích (g/mol)
 V_{sample} Thể tích mẫu (mL)

5.2.3. CHUẨN HÓA CHẤT CHUẨN ĐỘ THEO KHỐI LƯỢNG

Chuẩn độ chất chuẩn độ (Titrant standardization) là phép tính quan trọng thứ hai trong các phép chuẩn độ. Chất chuẩn gốc được chuẩn độ để xác định nồng độ của chất chuẩn độ. Về cơ bản, đây là một phép chuẩn độ điển hình được tính toán theo kiểu “ngược lại”, trong đó nồng độ của dung dịch đã biết và nồng độ chất chuẩn độ chưa biết.

$$C_{\text{titrant}} = \frac{m_{\text{standard}} \times \text{Ratio}}{FW_{\text{standard}} \times V_{\text{titrant}}}$$

C_{titrant}	Nồng độ chất chuẩn độ (N)
m_{standard}	Khối lượng của chất chuẩn (g)
Ratio	Tỷ lệ đương lượng của chất chuẩn độ/chất chuẩn (eq chất chuẩn độ/mol chất chuẩn)
FW_{standard}	Khối lượng phân tử của chất chuẩn (g/mol)
V_{titrant}	Thể tích của chất chuẩn độ (L)

5.2.4. CHUẨN HÓA CHẤT CHUẨN ĐỘ THEO THỂ TÍCH

$$C_{\text{titrant}} = \frac{V_{\text{standard}} \times (1 \text{ L}/1000 \text{ mL}) \times C_{\text{standard}}}{V_{\text{titrant}}}$$

C_{titrant}	Nồng độ chất chuẩn độ (N)
V_{standard}	Thể tích của chất chuẩn (mL)
C_{standard}	Nồng độ của chất chuẩn (eq/L)
V_{titrant}	Thể tích của chất chuẩn độ (L)

5.2.5. CHUẨN ĐỘ MẪU TRẮNG (MẪU BLANK)

Trong chuẩn độ mẫu trắng, pre-titration được thực hiện, thường là lượng dung môi được sử dụng để chuẩn độ mẫu, và thể tích chất chuẩn độ cần thiết để đạt được điểm cuối được ghi nhận. Giá trị mẫu trắng này giúp vô hiệu hóa sai số do chất chuẩn độ cần thiết để phản ứng với các thành phần của nền dung dịch chuẩn độ. Phương trình chuẩn độ cơ bản có thể được sử dụng cho chuẩn độ mẫu trắng, với một sửa đổi duy nhất là thể tích chất chuẩn độ được sử dụng trong chuẩn độ mẫu trắng phải được trừ đi thể tích chất chuẩn độ trong chuẩn độ thông thường.

$$C_{\text{sample}} = \frac{C_{\text{titrant}} \times (V_{\text{sample}} - V_{\text{blank}}) \times \text{Ratio} \times FW_{\text{analyte}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

C_{sample}	Nồng độ mẫu (g/100 g)
C_{titrant}	Nồng độ chất chuẩn độ (eq/L)
V_{sample}	Thể tích chất chuẩn độ cần thiết cho mẫu (L)
V_{blank}	Thể tích chất chuẩn độ cần thiết cho mẫu trắng (L)
Ratio	Tỷ lệ đương lượng của chất phân tích/chất chuẩn độ (mol chất phân tích/eq chất chuẩn độ)
FW_{analyte}	Khối lượng phân tử của chất phân tích (g/mol)
m_{sample}	Khối lượng mẫu (g)

5.2.6. CHUẨN ĐỘ NHIỀU ĐIỂM CUỐI

Một số phép chuẩn độ có hai hoặc nhiều điểm kết thúc, mỗi điểm tương ứng với một phản ứng cụ thể. Chuẩn độ nhiều điểm cuối tương tự như chuẩn độ mẫu trắng trong đó thể tích chất chuẩn độ cần thiết để đạt được điểm cuối đầu tiên được trừ đi thể tích chất chuẩn độ được sử dụng để đạt được điểm cuối tiếp theo.

$$C_{\text{sample1}} = \frac{V_{\text{titrant1}} \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte1}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$$C_{\text{sample2}} = \frac{(V_{\text{titrant2}} - V_{\text{titrant1}}) \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte2}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

$$C_{\text{sample3}} = \frac{(V_{\text{titrant3}} - V_{\text{titrant2}}) \times C_{\text{titrant}} \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte3}}}{m_{\text{sample}}} \times 100$$

C_{sample1}	Nồng độ mẫu 1 (g/100g)
C_{sample2}	Nồng độ mẫu 2 (g/100g)
C_{sample3}	Nồng độ mẫu 3 (g/100g)
V_{titrant1}	Thể tích chất chuẩn độ cần thiết để đạt được điểm cuối đầu tiên (L)
V_{titrant2}	Thể tích chất chuẩn độ cần thiết để đạt được điểm cuối thứ hai (L)
V_{titrant3}	Thể tích chất chuẩn độ cần thiết để đạt được điểm cuối thứ ba (L)
C_{titrant}	Nồng độ chất chuẩn độ (N)
Ratio	Tỷ lệ đương lượng của chất phân tích/chất chuẩn độ (mol/eq)
$\text{FW}_{\text{analyte1}}$	Khối lượng phân tử của chất phân tích 1 (g/mol)
$\text{FW}_{\text{analyte2}}$	Khối lượng phân tử của chất phân tích 2 (g/mol)
$\text{FW}_{\text{analyte3}}$	Khối lượng phân tử của chất phân tích 3 (g/mol)
m_{sample}	Khối lượng mẫu (g)

5.2.7. BACK TITRATION (CHUẨN ĐỘ NGƯỢC)

Phương trình được sử dụng trong các phép tính chuẩn độ ngược cũng tương tự như phương trình cho chuẩn độ mẫu trắng. Lượng chất chuẩn độ thứ hai cần thiết để phản ứng với lượng chất chuẩn độ dư đã thêm vào trong lần chuẩn độ đầu tiên được trừ vào lượng chất chuẩn độ thứ nhất đã thêm vào. Sự chênh lệch chính là lượng chất chuẩn độ cần thiết để đạt đến điểm tương đương đầu tiên.

$$C_{\text{sample}} = \frac{(C_{\text{titrant1}} \times V_{\text{titrant1}} - C_{\text{titrant2}} \times V_{\text{titrant2}}) \times \text{Ratio} \times \text{FW}_{\text{analyte}}}{V_{\text{sample}}} \times 100$$

C_{sample}	Nồng độ mẫu (g/100mL)
C_{titrant1}	Nồng độ của chất chuẩn độ 1 (N)
V_{titrant1}	Thể tích của chất chuẩn độ 1 (L)
C_{titrant2}	Nồng độ của chất chuẩn độ 2 (N)
V_{titrant2}	Thể tích của chất chuẩn độ 2 (L)
Ratio	Tỷ lệ đương lượng của chất phân tích/chất chuẩn độ (mol/eq)
$\text{FW}_{\text{analyte}}$	Khối lượng phân tử của chất phân tích (g/mol)
V_{sample}	Thể tích mẫu (mL)

6. THUẬT NGỮ

Acid

Là chất cho một hoặc nhiều proton (ion H^+).

Chuẩn độ Acid-Base

Chuẩn độ trung hòa theo phương pháp phân tích, dựa trên phản ứng xảy ra giữa acid và base.

Hoạt độ

Tính chất vật lý tương ứng với nồng độ của tất cả các ion trong dung dịch. Các điện cực phản hồi hoạt động của các ion.

Amperometric Titration

Chuẩn độ trong đó dòng điện chạy giữa hai điện cực (thường là điện cực kim loại và điện cực so sánh) được sử dụng để theo dõi tiến trình chuẩn độ.

Analyte (Chất phân tích)

Các loại hóa chất được đo trong một phép chuẩn độ.

Argentometric Titration

Chuẩn độ sử dụng bạc (nitrate) làm chất chuẩn độ. Các phép chuẩn độ này thường là chuẩn độ kết tủa.

Automatic Titrator (Chuẩn độ tự động)

Một thiết bị được thiết kế để tự động thực hiện chuẩn độ. Nó sẽ thêm lượng chất chuẩn độ thích hợp, xác định điểm cuối và tính toán kết quả.

Back Titration (Chuẩn độ ngược)

Một kiểu chuẩn độ trong đó một lượng dư chất chuẩn độ được thêm vào mẫu để bắt buộc một phản ứng xảy ra chậmphải hoàn thành. Thuốc thử dư sau đó được chuẩn độ "trở lại" bằng chất chuẩn độ thứ hai.

Base

Là những hóa chất có thể nhận một hoặc nhiều proton (ion H^+).

Biamperometric Indication

Sử dụng một điện cực pin đôi bạch kim để đo dòng điện chạy qua dung dịch chuẩn độ.

Bivoltametric Indication

Sử dụng một điện cực pin đôi bạch kim để đo điện áp cần thiết để duy trì dòng điện không đổi chạy qua dung dịch chuẩn độ trong khi điện áp không đổi được đặt trên các phần tử bạch kim của điện cực.

Burette

Một xy lanh có chia vạch thể tích của dụng cụ thủy tinh trong phòng thí nghiệm được sử dụng để phân phối lượng dung dịch chính xác.

Complex Ion (Ion phức)

Gồm một ion kim loại trung tâm được liên kết cộng hóa trị với một hoặc nhiều nhóm cho điện tử được gọi là ligand (phối tử)

Complexometric Titrations (Chuẩn độ phức chất)

Các ion kim loại được chuẩn độ bằng cách sử dụng chất chuẩn độ liên kết mạnh với nó. Các chất chuẩn độ thường chứa Ethylenediaminetetraacetic Acid (EDTA) hoặc Cyclohexylenedinitrilotetraacetic Acid (CDTA).

End point (Điểm cuối)

Điểm dừng chuẩn độ do sự thay đổi vật lý trong dung dịch cho thấy quá trình chuẩn độ đã hoàn thành. Điểm kết thúc chuẩn độ thường trùng với điểm tương đương. Điểm cuối có giá trị cố định (pH hoặc mV) cũng có thể được sử dụng. Quá trình chuẩn độ sẽ dừng lại ở điểm mong muốn kể cả khi việc chuẩn độ đã hoàn thành.

Equivalence point (Điểm tương đương)

Điểm mà tại đó lượng chất chuẩn độ bằng lượng chất phân tích.

Formal

Số đương lượng lý thuyết trên một lít dung dịch. Nó được sử dụng trong các dung dịch mà nồng độ chính xác của một chất có thể bị ảnh hưởng bởi các ion khác có mặt, do đó nồng độ đã biết có thể không chính xác.

Gravimetric Analysis (Phân tích trọng lượng)

Phương pháp xác định lượng chất phân tích dựa trên khối lượng của chất rắn.

Indicator Electrode (Điện cực chỉ thị)

Một điện cực phản hồi thông số liên quan của một chất. Điện thế của điện cực tỷ lệ với nồng độ hoặc hoạt độ của ion trong dung dịch được đo.

Indicators (Chất chỉ thị)

Chất chỉ thị hóa học thường là thuốc nhuộm hữu cơ thay đổi hình thức trong các điều kiện vật lý khác nhau, gây ra sự thay đổi màu sắc mà nhà phân tích có thể nhìn thấy. Thường được sử dụng trong chuẩn độ thủ công. Các chất chỉ thị hóa học đã được thay thế bằng các chất chỉ thị electrometric, được sử dụng với các máy chuẩn độ tự động.

Inflection Point (Điểm uốn)

Điểm trên đường cong chuẩn độ là các dấu hiệu thay đổi đường cong đạo hàm bậc hai.

Điện cực chọn lọc ion (ISE)

Một điện cực phản ứng với một ion cụ thể, thế điện cực tỷ lệ với nồng độ hoặc hoạt độ của ion đó trong dung dịch được đo.

Chuẩn độ Karl Fischer

Chuẩn độ sử dụng một phản ứng hóa học cụ thể để xác định nước.

Manual Titration (Chuẩn độ thủ công)

Tiến hành chuẩn độ bằng tay, người phân tích phải thêm lượng chất chuẩn độ thích hợp, xác định điểm cuối và tính kết quả.

Molar (Nồng độ mol)

Nồng độ chất tan trong dung dịch

Mole (mol)

Số lượng của một chất hóa học. Khối lượng phân tử của một chất (gam) tính bằng khối lượng của một mol chất đó. Một mol tương đương với $6,022 \times 10^{23}$ nguyên tử hoặc phân tử.

Monochromator (Bộ khuếch đại đơn sắc)

Một thiết bị chỉ cho phép một dải bước sóng hẹp đi qua nó bằng cách tách ánh sáng thành các bước sóng khác nhau.

Multiple End Point Titration (Chuẩn độ nhiều điểm cuối)

Chuẩn độ nhiều chất phân tích trong dung dịch, tuần tự sử dụng cùng một chất chuẩn độ. Nồng độ của mỗi chất phân tích có thể được xác định từ các điểm cuối tương ứng của chúng.

Nernst Equation (Phương trình Nernst)

Phương trình cơ bản liên hệ giữa điện áp trong bình chuẩn độ với nồng độ của dung dịch.

Neutralization (Phản ứng trung hòa)

Một phản ứng hóa học trong đó acid và base phản ứng để tạo thành muối trung hòa và nước.

Non-aqueous (Không chứa nước)

Một dung dịch không chứa nước.

Non-aqueous Titration (Chuẩn độ không chứa nước)

Phép chuẩn độ được tạo sẵn trong các dung dịch không chứa nước. Thường được sử dụng để chuẩn độ acid và base rất yếu để loại bỏ hiệu ứng san bằng của nước đối với tất cả acid và base hòa tan trong đó.

Normal

Nồng độ của một dung dịch giải thích cho bất kỳ sự khác biệt nào về tỷ lệ giữa các chất khác nhau trong một dung dịch.

Oxidation/ Reduction Potential (ORP) (Điện thế Oxi hóa/Khử)

Một điện áp được tạo ra trong một dung dịch là kết quả của tỷ lệ giữa chất bị oxy hóa và chất khử. Thường được đo điện thế bằng cảm biến ORP.

Oxidant (Chất Oxi hóa)

Chất nhận electron trong phản ứng oxi hóa khử.

Pipette

Dụng cụ được sử dụng để lấy một thể tích chất lỏng chính xác.

Polyprotic Acid

Axit có khả năng cho nhiều hơn một proton trên mỗi phân tử acid.

Potentiometric Titration (Chuẩn độ điện thế)

Phép chuẩn độ trong đó điểm cuối được xác định bằng cách sử dụng điện cực theo dõi điện áp của dung dịch.

Precipitation Titration (Chuẩn độ kết tủa)

Chuẩn độ mà trong đó chất phân tích phản ứng với chất chuẩn độ để tạo thành hợp chất không hòa tan. Điểm cuối thường được phát hiện bằng điện cực ISE nhạy cảm với chất phân tích hoặc chất chuẩn độ.

Reagent (Thuốc thử)

Hóa chất được thêm vào trong phép chuẩn độ gây ra phản ứng.

Reduction-Oxidation Reaction (redox) (Phản ứng Oxi hóa-Khử)

Là phản ứng hóa học trong đó các nguyên tử tham gia phản ứng có số oxi hóa thay đổi. Sự khử là sự nhận electron, làm giảm số oxi hóa. Sự oxi hóa là sự cho electron, làm tăng số oxi hóa.

Reductants (Chất khử)

Chất cho electron trong phản ứng oxi hóa khử.

Reference Electrode (Điện cực số sánh)

Một điện cực cung cấp một thế điện cực không đổi. Nó được sử dụng kết hợp với điện cực "chỉ thị", cho phép đo điện thế của điện cực "chỉ thị".

Relative Standard Deviation (RSD) (Độ lệch chuẩn tương đối)

Một thước đo lượng biến đổi tương đối trong một tập hợp dữ liệu. Nó được tính bằng cách chia độ lệch chuẩn cho giá trị trung bình:

$$RSD = (\text{Độ lệch chuẩn } X) * 100 / (\text{Giá trị trung bình của } X)$$

Repeatability (Độ lặp)

Sự thay đổi trong các phép đo mẫu do một người hoặc dụng cụ thực hiện trong cùng điều kiện.

Spectrophotometric Titration (Chuẩn độ quang phổ)

Phép chuẩn độ trong đó điểm kết thúc được đánh dấu bằng sự thay đổi màu sắc và/hoặc cường độ màu.

Stoichiometry

Mối quan hệ về lượng của chất phản ứng và sản phẩm trong phản ứng hóa học.

Titrant (Chất chuẩn độ)

Hóa chất được thêm vào trong phép chuẩn độ gây ra phản ứng.

Titration (Chuẩn độ)

Một quy trình định lượng, thể tích được sử dụng trong hóa học phân tích để xác định nồng độ của chất phân tích trong dung dịch. Nồng độ của chất phân tích được xác định bằng cách thêm từ từ chất chuẩn độ vào dung dịch. Khi chất chuẩn độ được thêm vào, phản ứng hóa học giữa chất chuẩn độ và chất phân tích xảy ra.

Titration Curve (Đường cong chuẩn độ)

Một đồ thị chứa dữ liệu vật lý thu được trong khi chuẩn độ. Dữ liệu được vẽ biểu đồ thường là một biến độc lập (thể tích chất chuẩn độ) so với một biến phụ thuộc (pH của dung dịch). Từ đường cong chuẩn độ có thể xác định được điểm tương đương hoặc điểm cuối.

Chứng nhận

Tất cả các sản phẩm của Hanna Instruments để tuân thủ theo quy định **CE European Directives**.



RoHS
compliant

Disposal of Electrical & Electronic Equipment. Sản phẩm này không thể xử lý như rác thải thông thường, để xử lý cần giao cho các công ty chuyên tái chế thiết bị điện tử.

Đảm bảo xử lý pin và sản phẩm phù hợp sẽ giúp ngăn ngừa các tác động không tốt với môi trường và sức khỏe con người do xử lý không phù hợp. Để biết thêm thông tin, vui lòng liên hệ dịch vụ xử lý chất thải, nơi mua hàng hoặc qua website www.hannavietnam.com.



Khuyến cáo

Cần đảm bảo thiết bị phù hợp với ứng dụng và môi trường đo mà người dùng cần sử dụng.

Khi hoạt động, thiết bị có thể gây nhiễu đến các thiết bị điện tử khác. Mọi can thiệp của người dùng vào thiết bị có thể làm giảm khả năng tương thích điện từ của thiết bị.

Để đảm bảo an toàn, vui lòng không sử dụng thiết bị trong môi trường độc hại.

Bảo hành

KHÔNG BẢO HÀNH NẾU KHÔNG CÓ PHIẾU BẢO HÀNH và các hư hỏng do thiên tai, sử dụng không đúng, tùy tiện tháo máy hay do thiếu sự bảo dưỡng máy như yêu cầu.

HI933 bảo hành 12 tháng để phòng các khiếm khuyết do sản xuất và do vật liệu chế tạo máy xuất hiện trong quá trình dùng thiết bị theo đúng mục đích sử dụng và đúng chế độ bảo dưỡng như hướng dẫn. Việc bảo hành bao gồm sửa chữa và miễn phí công thay thế phụ tùng chỉ khi máy bị lỗi do quá trình chế tạo.

Nếu có yêu cầu bảo trì sửa chữa, hãy liên hệ nhà phân phối thiết bị cho quý khách. Nếu trong thời gian bảo hành, hãy báo mã số thiết bị, ngày mua, số seri và tình trạng hư hỏng. Nếu việc sửa chữa không có trong chế độ bảo hành, quý khách sẽ được thông báo trước các cước phí cần trả.

Trường hợp gửi thiết bị về Hanna Instruments, hãy liên hệ phòng kỹ thuật trước 028.39260.457, sau đó gửi hàng kèm phiếu bảo hành (Người gửi tự trả cước).

Khi vận chuyển bất kỳ thiết bị nào, cần đảm bảo khâu đóng gói để bảo vệ hàng an toàn

Hanna Instruments có thể sửa đổi thiết kế, cấu trúc và hình dáng sản phẩm mà không cần báo trước.

TRỤ SỞ CHÍNH

Hanna Instruments Inc.
Highland Industrial Park
584 Park East Drive
Woonsocket, RI 02895 USA
www.hannainst.com

VĂN PHÒNG SỞ TẠI

Hanna Instruments Việt Nam
208 Nguyễn Trãi, Q.1, TP. HCM
Điện thoại: 028 3826 0457/58/59
Website: www.hannavietnam.com